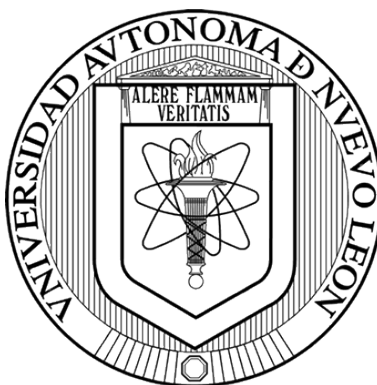


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



**OPTIMIZACIÓN DE LA PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR  
DE PERICARPIO DE MAÍZ (*ZEA MAYS*) MEDIANTE LOS ANÁLISIS DE  
CICLO DE VIDA Y DE SUPERFICIE DE RESPUESTA**

**POR**

**DARITHSA LOYA GONZÁLEZ**

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRÍA EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN PROCESOS  
SUSTENTABLES**

**SEPTIEMBRE, 2017**

OPTIMIZACIÓN DE LA PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR  
DE PERICARPIO DE MAÍZ (*Zea mays*) MEDIANTE LOS ANÁLISIS  
DE CICLO DE VIDA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA

Aprobación de la tesis:

---

Dr. Eduardo Soto Regalado  
Asesor

---

Dra. Margarita Loredo Cancino  
Co-asesora

---

Dr. Felipe de Jesús Cerino Córdova  
Revisor

---

Dr. Refugio Bernardo García Reyes  
Revisor

---

Dr. Pasiano Rivas García  
Revisor

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a la División de estudios de posgrado, de la Facultad de Ciencias Químicas, de la Universidad Autónoma de Nuevo León, por todo el apoyo recibido durante la maestría.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la beca otorgada.

A mi asesor Dr. Eduardo Soto Regalado, por el soporte, consejos y las experiencias compartidas a lo largo de este proyecto, a mi co-asesora la Dra. Margarita Loreda Cancino, por su paciencia, tiempo y todos los conocimientos compartidos.

A los miembros de mi comité tutorial, Dr. Pasiano Rivas García, Dr. Felipe de Jesús Cerino Córdova y Dr. Refugio Bernardo García Reyes, por sus valiosas contribuciones. A la Dra. Diana Bustos Martínez por su apoyo con el procesamiento de muestras.

A todos mis maestros, por no conformarse simplemente con transmitir sus conocimientos sino inculcar la pasión por la vocación científica y el desarrollo tecnológico.

Al personal del laboratorio de Materiales III, en especial a la Dra. Anabel Álvarez Méndez por su constante apoyo; a Charlie auxiliar del laboratorio de Ingeniería Química II por siempre estar atento a lo que era necesario, mostrando siempre una gran sonrisa.

A mis compañeros de maestría y amigos, en especial a Marina, Manuel, Karina, Viri, Héctor y Alan, sin su apoyo y compañía esto no hubiera sido posible, uno puede devolver un préstamo de oro, pero está en deuda de por vida con

aquellos que nos regalan gentileza, por todo muchas gracias. A la persona que me dio gran soporte y cariño para sacar adelante este proyecto, gracias Daniel.

## **DEDICATORIA**

*“Cada problema lo convertiste en bendición y cada dificultad en una lección,  
gracias por darme una gran familia, una gran vida, grandes experiencias y por  
iluminar cada uno de mis días”*

A mis padres, Joel y Edith, mi fuente de inspiración.

A mi pequeña razón de ser fuerte cada día, te amo hermanita.

## RESUMEN

Darithsa Loya González

Septiembre, 2017

Universidad Autónoma de Nuevo León

Facultad de Ciencias Químicas

Título del estudio: **OPTIMIZACIÓN DE LA PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE PERICARPIO DE MAÍZ (*Zea mays*) MEDIANTE LOS ANÁLISIS DE CICLO DE VIDA Y SUPERFICIE DE RESPUESTA**

Número de páginas: 77

Candidato para el grado de  
Maestría con Orientación en  
Procesos Sustentables

Orientación: Procesos Sustentables

Propósito y método de estudio: La optimización de la producción de carbón activado a partir de pericarpio de maíz, se llevó a cabo a través de un diseño central compuesto, incluyendo como respuestas criterios tanto técnicos como ambientales (rendimiento, capacidad de adsorción y *single score*) y como factores la temperatura y tiempo de activación, así como la relación de impregnación. Con el objetivo de determinar los impactos ambientales potenciales del proceso de producción de carbón activado se usó la metodología de análisis de ciclo de vida. Los datos experimentales obtenidos para el rendimiento, capacidad de adsorción y el indicador de impacto ambiental (*single score*) se optimizaron simultáneamente a través de la función de deseabilidad. Es importante destacar que una optimización incluyendo indicadores de impacto ambiental no se encuentra reportada en la actualidad.

Contribuciones y conclusiones: El material precursor seleccionado resultó apropiado para la producción de carbón activado debido a su bajo contenido de ceniza, alto contenido de carbón fijo y disponibilidad local. A pesar de la baja área específica (23.31 m<sup>2</sup>/g) el carbón producido logra alcanzar una capacidad máxima de adsorción de naranja de metilo de 141.13 mg/g, rendimiento de 50% y un indicador de daño ambiental (*single score*) de 0.09 Pt. Estos resultados se

alcanzaron llevando a cabo el proceso de producción sin agregar agente activante, a una temperatura de 627 °C y un tiempo de activación de 93 minutos, condiciones obtenidas de acuerdo a la optimización simultánea multivariable realizada. Se logró demostrar que el uso conjunto de una herramienta para la cuantificación de impactos ambientales aunado a métodos estadísticos para optimizar procesos de producción contribuye a que se identifiquen las áreas de oportunidad para la reducción de impactos ambientales a la vez que se asegura no comprometer la calidad del producto.

Firma del asesor: \_\_\_\_\_

## TABLA DE CONTENIDO

Capítulo	Página
AGRADECIMIENTOS .....	i
DEDICATORIA .....	ii
RESUMEN.....	iii
Capítulo 1 .....	1
Introducción.....	1
1.1 Carbón activado.....	1
1.1.1 Pericarpio de maíz como precursor de carbón activado.....	2
1.1.2 Optimización de la producción de carbón activado .....	4
Capítulo 2 .....	7
Antecedentes .....	7
2.1 Producción de carbón activado .....	7
2.2 Características del pericarpio de maíz.....	12
2.3 Análisis de ciclo de vida (ACV).....	14
2.3.1 Etapas del análisis de ciclo de vida.....	16
2.3.2 Metodologías de análisis de evaluación de inventario de ciclo de vida .....	21
2.3.3 Análisis de ciclo de vida acerca de carbón activado .....	25
Capítulo 3 .....	28
Hipótesis y objetivos .....	28
3.1 Hipótesis .....	28
3.2 Objetivo.....	28
3.2.1 Objetivos específicos.....	28
Capítulo 4 .....	30
Metodología .....	30
4.1 Preparación del precursor.....	30
4.2 Caracterización del precursor.....	31
4.2.1 Análisis elemental y proximal .....	31
4.2.2 Análisis termogravimétrico.....	31
4.3 Producción del carbón activado .....	32
4.4 Análisis de ciclo de vida .....	34
4.5 Análisis estadístico y optimización.....	38

4.5.1 Porcentaje de rendimiento .....	39
4.5.2 Capacidad de adsorción.....	39
4.5.3 Indicador de impacto ambiental de la producción de carbón activado .....	40
4.6 Caracterización del carbón activado .....	41
4.6.1 Espectroscopia infrarroja .....	41
4.6.2 Análisis por fisisorción de nitrógeno .....	41
4.6.3 Punto de carga cero.....	42
4.6.4 Análisis por microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS) .....	42
Capítulo 5 .....	43
Resultados y discusión.....	43
5.1 Características del precursor .....	43
5.1.1 Análisis elemental y proximal .....	43
5.1.2 Análisis termogravimétrico (TGA) .....	44
5.2 Análisis de ciclo de vida .....	45
5.3 Análisis estadístico y optimización de la producción de carbón activado .....	47
5.4 Características fisicoquímicas del carbón activado .....	56
5.4.1 Fisisorción de nitrógeno .....	56
5.4.2 Punto de carga cero.....	59
5.4.3 Espectroscopia infrarroja (FTIR).....	60
5.4.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS) .....	62
5.5 Capacidad de adsorción.....	64
Capítulo 5 .....	66
5. Conclusiones .....	66
Referencias .....	68
Anexo 1 .....	72
Anexo 2.....	76



## LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
Tabla 1. Investigaciones recientes de producción de carbón activado a partir de materiales lignocelulósicos (condiciones de trabajo y usos del producto obtenido). ....	11
Tabla 2. Categorías de impacto ambiental contempladas por la SETAC [30]. ....	19
Tabla 3. Potencial de calentamiento global de los principales gases de efecto invernadero según IPCC 2007 [31]. ....	20
Tabla 4. Estudios de análisis de ciclo de vida acerca de la producción de carbón activado. ....	26
Tabla 5. Matriz experimental de las corridas de producción de carbón activado según el diseño central compuesto. ....	33
Tabla 6. Categorías de impacto según el método ReCiPe 2008. ....	37
Tabla 7. Niveles y factores usados en el diseño de experimentos para la producción de carbón activado. ....	38
Tabla 8. Análisis elemental y proximal del pericarpio de maíz. ....	43
Tabla 9. ANOVA del porcentaje de rendimiento (%R). ....	48
Tabla 10. ANOVA de la capacidad de adsorción (q). ....	49
Tabla 11. ANOVA del indicador de daño ambiental (single score). ....	49
Tabla 12. Propiedades de textura de carbones producidos a las condiciones alta, media y baja del diseño experimental y condiciones óptimas. ....	59
Tabla 13. Calor requerido por el pericarpio de maíz en cada rango de temperatura y por cada relación de impregnación. ....	75

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
Figura 1. Las 10 ramas más importantes de manufacturas por el número de unidades económicas ,2013 [13]. .....	3
<i>Figura 2. Grupos funcionales oxigenados presentes en la superficie del carbón activado</i> .....	9
Figura 3. Etapas del análisis de ciclo de vida, según la Norma ISO 14040. ....	15
Figura 4. Relación entre los parámetros (izquierda), indicadores de punto medio (centro) e indicadores de punto final (derecha) del método ReCiPe 2008 [35]. ....	24
Figura 5. Ejemplo de un mecanismo ambiental que sirve como base para el modelado de los impactos ambientales, para el cambio climático [35]. ....	25
Figura 6. Esquema general de las fronteras del sistema de producción de carbón activado. ....	35
Figura 7. Análisis termogravimétrico del pericarpio de maíz. ....	44
Figura 8. Indicador de daño ambiental (single score) para el carbón activado de pericarpio de maíz producido a diferentes condiciones experimentales, dentro de los paréntesis tenemos las condiciones de producción de cada lote (relación de impregnación/temperatura/tiempo). ....	46
Figura 9. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para el porcentaje de rendimiento. ....	52
Figura 10. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para la capacidad de adsorción de naranja de metilo. ....	53
Figura 11. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para el indicador de daño ambiental “single score”. ....	54
Figura 12. Superficie de respuesta y contorno de la función de deseabilidad. ....	55
Figura 13. Isoterma de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> del carbón activado de pericarpio de maíz (punto bajo). ....	56
Figura 14. Isoterma de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> del carbón activado de pericarpio de maíz (punto medio). ....	57
Figura 15. Isoterma de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> del carbón activado de pericarpio de maíz (punto alto). ....	57

Figura 16. Isotherma de adsorción-desorción del carbón activado producido a condiciones óptimas. ....	58
Figura 17. Gráficas de punto de carga cero del carbón activado de pericarpio de maíz a) punto bajo, b) punto medio, c) punto alto y d) carbón activado producido a condiciones óptimas. ....	60
Figura 18. Espectros FTIR del pericarpio de maíz y carbón activado producido a condiciones óptimas. ....	61
Figura 19. Micrografías del a) pericarpio de maíz y b) carbón activado a 50 aumentos. ....	62
Figura 20. Micrografías del a) pericarpio de maíz y b) carbón activado a 500 aumentos. ....	63
Figura 21. SEM-EDS para el carbón activado producido a condiciones óptimas (a) y pericarpio de maíz (b).....	64
Figura 22. Cinética de adsorción de naranja de metilo con carbón activado óptimo.....	65
Figura 23. Análisis por calorimetría diferencial de barrido DSC del pericarpio de maíz a las tres diferentes relaciones de impregnación (R.I) con KOH.....	74
Figura 24. Termogramas utilizados para estimar la cantidad de COV emitidos durante el proceso de pirólisis. ....	77

## **Capítulo 1**

### **Introducción**

#### **1.1 Carbón activado**

El carbón activado (CA) es un material ampliamente utilizado, su aparición industrial se remonta a finales de la primera guerra mundial, donde tenía función de agente decolorante dentro de la industria azucarera [1]. En la actualidad el principal uso del CA es el tratamiento de aguas así como de efluentes industriales, ya que se conoce que este material posee una alta área específica, variedad de grupos funcionales y una distribución de poros que le confieren la capacidad de remover una gran diversidad de moléculas presentes en fase acuosa [2].

El carbón activado comercial proviene principalmente de materiales como la madera, turba, petróleo, etc., por lo que se considera que es costoso. La preocupación por reducir los costos de producción, ha generado que investigaciones recientes se centren en analizar las características de diferentes residuos, para evaluar su factibilidad como precursores para la producción de carbón activado, tomando en cuenta que los materiales seleccionados sean abundantes, de alta dureza, alto contenido de carbono y bajo contenido de ceniza [1]. Según lo reportado en la literatura, se han utilizado diversos residuos que tienen alto contenido de lignina, hemicelulosa y celulosa, que resultan ser adecuados precursores de carbón activado, tales como el bagazo de caña [3],

el hueso de durazno [4], la cáscara de arroz [5], el tallo y mazorca de maíz [2], la cáscara de coco [6] y el bagazo de agave [7] y cascarilla de cebada [8], entre otros [8].

La preparación del carbón activado implica considerar diversas variables, tales como temperatura, tiempo de activación, agente activante ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2$  y  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , entre otros) y relación de impregnación de agente activante. Estos factores pueden modificar ampliamente el área superficial, volumen, distribución y tamaño de poros (incluyendo los porcentajes de micro y mesoporos) del CA [9]. Por lo cual, influyen directamente en el rendimiento e impacto ambiental del producto final. Otro factor que afecta las propiedades finales del CA es la naturaleza del precursor, es de suma importancia seleccionar un precursor con alto contenido de carbono fijo y bajo contenido de cenizas; aunado a esto se debe buscar que el material precursor provenga de materiales renovables, abundantes y de bajo costo [9].

#### **1.1.1 Pericarpio de maíz como precursor de carbón activado**

El pericarpio de maíz (PM) es un residuo agroindustrial disponible en México, la producción de grano de maíz representa actualmente el 33.36 % del total de la superficie cosechada en el territorio, esto para el año 2014 , con una cantidad de 7, 060, 274.67 hectáreas [10].

El pericarpio conforma la parte estructural más externa del grano de maíz, representa un 5 % del peso total del grano y es un residuo que proviene de la

elaboración de harina de maíz nixtamalizada [11]. La Cámara Nacional del Maíz Industrializado (CANAMI) establece que en México existen alrededor de 45,000 tortillerías, 10,000 molinos de nixtamal y cuatro empresas productoras de harina de maíz nixtamalizado [12].

INEGI reporta que en el año 2014 en México, el 77.2% de las unidades económicas manufactureras se concentró en 10 actividades, de las cuales las panaderías y tortillerías son las más importantes con 143,576 unidades económicas, representando un 29.3% del sector manufacturero en México como se muestra en la Fig. 1 [13].

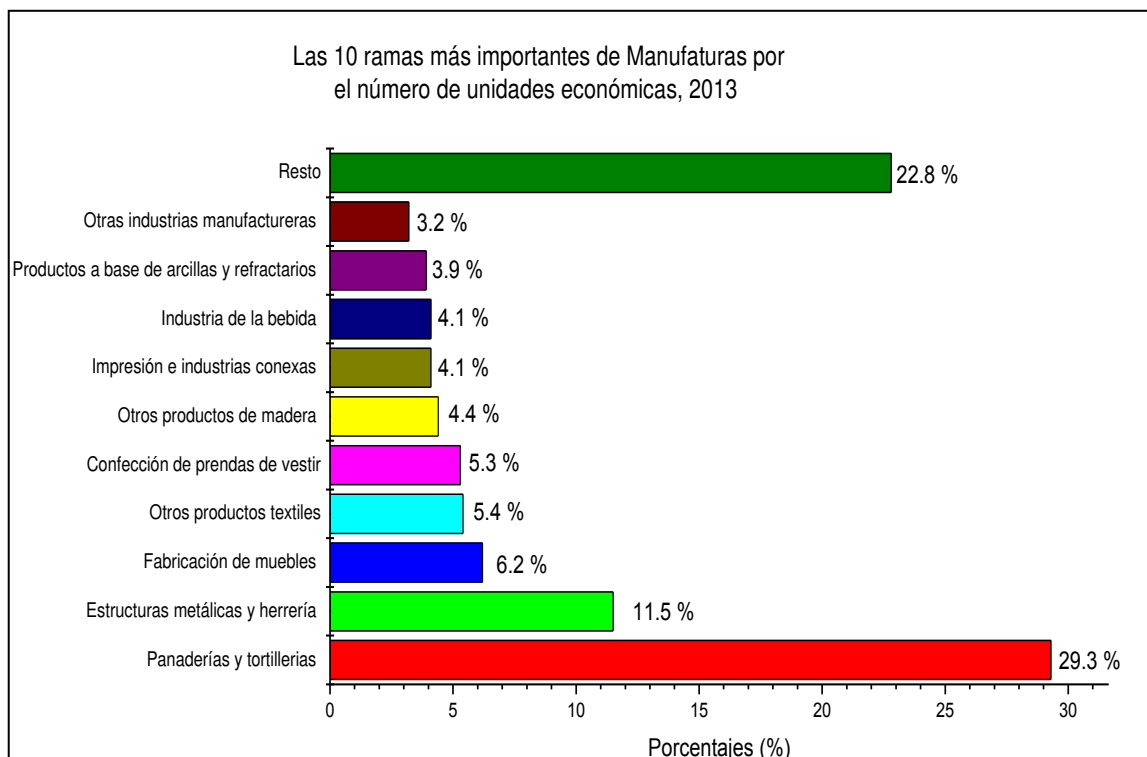


Figura 1. Las 10 ramas más importantes de manufacturas por el número de unidades económicas ,2013 [13].

El proceso de nixtamalización del maíz consiste en la cocción del grano en una solución de agua con hidróxido de calcio, en donde se logra la gelificación de los almidones de este cereal. El producto de este proceso es el maíz nixtamalizado, que después de molerse da origen a la masa, la cual servirá para la elaboración de tortillas, tamales, etc. [14]. El nejayote, principal residuo de la nixtamalización, contiene al pericarpio del maíz más el caldo de cal. Aproximadamente se producen tres unidades de volumen de efluentes por cada unidad de masa de granos procesada y por lo regular se desechan directamente al drenaje municipal, lo que genera un problema de contaminación debido a que este efluente contiene alta concentración de materia orgánica en suspensión, un pH alcalino y una temperatura de entre 60-80 °C, lo cual afecta de forma importante las características químicas, físicas y biológicas de esa agua residual [15].

Debido a su alto contenido de fibra, el pericarpio de maíz resulta un material prometedor para su uso como precursor de carbón activado, aunado a que la pirólisis del pericarpio para la generación de carbón activado permitirá el aprovechamiento de este residuo contenido en los efluentes provenientes de las tortillerías [13].

### **1.1.2 Optimización de la producción de carbón activado**

La metodología de superficie de respuesta consiste en un conjunto de procedimientos matemáticos y estadísticos, los cuales son útiles para el modelado y análisis de problemas en los que una respuesta de interés recibe la

influencia de diversas variables. Estos modelos estadísticos sirven para optimizar la respuesta y son útiles cuando no existe una función matemática fenomenológica que relacione las variables independientes y las dependientes [16].

El estudio de la relación entre una o más respuestas y un conjunto de factores o variables independientes, permite encontrar los valores óptimos que maximizan, minimizan o cumplen ciertas restricciones sobre la variable de respuesta a estudiar. En la mayoría de los casos la forma de la relación entre la respuesta o variable dependiente “y” y las variables independientes es desconocida. El primer paso es encontrar una aproximación adecuada de la verdadera relación funcional entre “y” y el conjunto de variables independientes, empleando por lo regular un polinomio de orden inferior en alguna región de las variables independientes. Si la respuesta se encuentra bien modelada por una función lineal de las variables independientes, entonces la función de aproximación es el modelo de primer orden:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_k x_k + \varepsilon \quad \text{Ec.1}$$

Donde: “y” es la variable dependiente o respuesta,  $\beta_0$  es un coeficiente constante,  $\beta_1, \beta_2, \beta_k$ , son coeficientes lineales,  $x_1, x_2, x_k$  son los factores o variables independientes y  $\varepsilon$  es el error, o la diferencia entre el valor de la variable dependiente observada y la predicha por el modelo.

Si hay curvatura en el sistema, entonces debe usarse un polinomio de orden superior, tal como un modelo de segundo orden:



$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad \text{Ec.2}$$

Donde: “y” es la variable dependiente o respuesta,  $\beta_0$  es un coeficiente constante,  $\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$ , son los coeficientes lineales,  $x_i, x_{ii}, x_{ij}$  son los factores o variable independientes y  $\varepsilon$  es el error [16].

Los estudios reportados en la literatura sobre la producción de carbón activado se basan en seleccionar las condiciones óptimas de trabajo usando un sólo factor a la vez, lo cual no resulta ser efectivo porque es laborioso e implica un gasto de tiempo considerable. Pocos autores estudian una optimización multi-variable de las respuestas principales involucradas en la producción de CA, como son el rendimiento, el número de yodo, la capacidad de adsorción y la dureza, entre otras [8,17, 18, 19].

Con la creciente preocupación por los daños ambientales que generan las actividades humanas, ya no es suficiente optimizar el proceso desde el punto de vista técnico y económico, sino que se requiere conocer el impacto ambiental asociado a la producción de carbón activado para generar un proceso que sea más sustentable [19].

La producción de nuevos materiales, especialmente cuando éstos se generan con el enfoque de llevar a cabo procesos de remediación, debe considerar el impacto ambiental que ocasiona, ya que, al llevar a cabo su producción usando

insumos materiales y energía, así como por la descarga de residuos al aire, suelo y agua, genera un impacto ambiental. El análisis de ciclo de vida (ACV) permite obtener de manera objetiva una contabilidad del impacto ambiental en la que se asignan al producto los efectos ambientales adversos, debidamente cuantificados y generados a lo largo de su ciclo de vida [20].

## **Capítulo 2**

### **Antecedentes**

#### **2.1 Producción de carbón activado**

Carbón activado (CA) es un término genérico que se usa para describir materiales que presentan la forma amorfa del carbón. El CA está compuesto por un arreglo mutuo y desordenado de capas de grafeno que, en conjunto, forman una estructura porosa, con destacable capacidad de adsorción, debido a su alta área superficial disponible ( $500\text{-}1500\text{ m}^2/\text{g}$ ) y diversidad de grupos funcionales ácidos o básicos. A nivel molecular, la estructura del CA se asemeja a la del grafito, pero presenta defectos en las capas de anillos hexagonales, debido a que la distancia entre éstas es desigual y tienen planos con distintas orientaciones. Estos defectos incrementan la reactividad del material con sus alrededores [21].

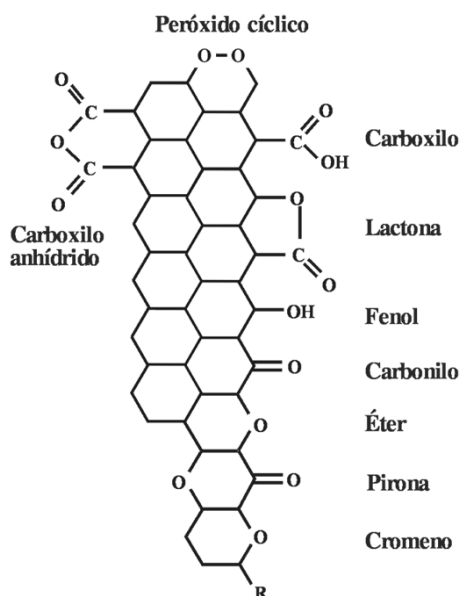
El CA se ha empleado tradicionalmente para la remoción de olor, color y sabor del agua, que son causados por contaminantes a niveles traza. La adsorción sobre este material está considerada como la mejor tecnología de remoción de compuestos orgánicos recalcitrantes y tóxicos de soluciones acuosas; por esta razón es el adsorbente mas usado y su principal aplicación es en tratamiento de aguas [22].

El CA es producido a partir de fuentes ricas en carbón, que pueden ser minerales o naturales, siendo los residuos lignocelulósicos, dentro de las fuentes naturales, los más empleados en los últimos años [1].

Para llevar a cabo la activación del carbón existen dos métodos principales, activación física o química. La activación física se da en dos etapas, el proceso inicia con la carbonización a bajas temperaturas y en atmósfera inerte, luego el carbón resultante se somete a temperaturas cercanas a los 1000 °C en una atmósfera reductora generalmente usando vapor de agua o CO<sub>2</sub>. La activación química se da en una sola etapa, primeramente se pone en contacto la materia prima con un agente activante que actúa como deshidratante (ZnCl<sub>2</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> principalmente), luego se carboniza el material deshidratado a temperaturas de 400 a 500 °C, obteniéndose el carbón activado, enseguida el CA debe lavarse para eliminar el exceso de agente activante que pudiera haber quedado en el material [23].

El carbón activado puede clasificarse en tipo H o tipo L. El CA tipo H es aquel que se activa a temperaturas por arriba de los 600 °C, por lo cual su superficie va a estar cargada preferentemente con grupos funcionales ácidos. El CA tipo L se activa a temperaturas por debajo de los 500 °C favoreciendo la formación de grupos funcionales básicos en su superficie [21].

Los grupos funcionales presentes en el carbón activado son de gran relevancia cuando dicho material se utiliza en procesos de adsorción en fase acuosa, debido a las atracciones que pueden favorecer o no la interacción entre la molécula que se desea remover de la solución y la superficie del material. Los grupos que se encuentran comúnmente presentes en la superficie de los carbones activados se muestran en la Figura 2 [21].



*Figura 2. Grupos funcionales oxigenados presentes en la superficie del carbón activado*

El CA debido a su naturaleza tiene una variedad de tamaño de poros, según la IUPAC éstos pueden clasificarse como micro, meso y macroporos. Los poros que se encuentren en un rango menor a 2 nm se clasificarán como microporos, entre 2 y 50 nm mesoporos y todos los poros mayores a 50 nm corresponderán al orden de los macroporos [21].

El área específica, la porosidad y la presencia de grupos funcionales confieren al carbón activado una capacidad de adsorción específica. Debe mencionarse que dichas propiedades dependen significativamente de la naturaleza del precursor, el grado de activación y tipo de agente activante utilizado. Varios estudios se han realizado para conocer los efectos en la capacidad de adsorción y propiedades del material, estudiando diferentes precursores lignocelulósicos, tiempos y temperaturas de activación, tipo de activación y agente activante (Tabla 1).

En los trabajos reportados que se muestran en la Tabla 1, podemos observar que las temperaturas de activación química varían primordialmente entre los 400 y 600 °C, las relaciones de impregnación más comunes son 1:0.5, 1:1 y 1:2, y los tiempos de activación van de 1 a 2 horas. Uno de los agentes activantes más usado es el KOH generando carbones activados con áreas superficiales que van de los 200 a los 700 m<sup>2</sup>/g; sin embargo, en comparación con la activación física con gases como CO<sub>2</sub>, el desarrollo del área superficial es menor. La desventaja de la activación física es la alta temperatura (por arriba de los 800 °C) requerida, que por ende aumenta el consumo energético y el

impacto ambiental generado. Debido a lo anterior se decidió utilizar KOH como agente activante, además de estudiar relaciones de impregnación de 1:0, 1:0.75 y 1:1.5, y tiempos de activación de 20 a 100 minutos.

*Tabla 1. Investigaciones recientes de producción de carbón activado a partir de materiales lignocelulósicos (condiciones de trabajo y usos del producto obtenido).*

Cita	Precursor	Agente activante y relación de impregnación	Temperatura y tiempo de carbonización	Temperatura y tiempo de activación	Área superficial encontrada y volumen de poro	Uso al que se destina el material producido
[1]	Carbón mineral, endocarpio de coco y palma	Vapor de agua, CO <sub>2</sub> (R.I.Frac. Molar 0.3116), H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (R.I. 50% V/V) y KOH (R.I. 20% V/V)	600 °C por 2.5 h para coco y palma y 800°C por 2 h para carbón mineral	Varían entre 800 °C por 4 y 3 h, 900 °C por 1 y 1.5 h, y 500 °C por 2 h.	Activadas físicamente= 1208.94 m <sup>2</sup> /g y 0.5186 cm <sup>3</sup> /g; Activadas químicamente= 701.98 m <sup>2</sup> /g y 0.2875 cm <sup>3</sup> /g.	Remoción de fenol
[25]	Residuo de Glycyrrhiza	R.I: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1:12 y KOH 1:10	n.a.	700 °C y 1 h para el carbón con KOH y 500 °C y 1.5 h para el carbón con H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	CA-KOH= 583.1 m <sup>2</sup> /g y 0.194 cm <sup>3</sup> /g; CA-H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> = 513.7 m <sup>2</sup> /g y 0.141 cm <sup>3</sup> /g	Remoción de Pb, Cd y Ni.
[26]	Tallo de plátano	KOH (R.I.= 1:1) + CO <sub>2</sub>	700°C por 1 h	800 °C por 2 h combinando la activación con KOH en atm de CO <sub>2</sub>	684.11 m <sup>2</sup> /g y 0.482 cm <sup>3</sup> /g	Remoción de verde de malaquita
[27]	Cáscara de papa	Activación hidrotermal	n.d.	400, 600 y 800 °C por 2 h. y 24 h de tratamiento hidrotermal.	n.d.	Dorzolamida y pramipexol
[28]*	Rambután	KOH (R.I. g/g 0.15, 1.0, 2.25, 3.50 4.35) + CO <sub>2</sub>	700°C por 2 h	789°C y 1.8 h	908.35 m <sup>2</sup> /g y 0.52 cm <sup>3</sup> /g.	Azul brillante de remazol R
[29]*	Residuo de fibras de algodón	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (R.I. 0.5 a 3)	n.a.	450°C por 0.5 h.	694 m <sup>2</sup> /g y 0.86 cm <sup>3</sup> /g	n.d.
[8]*	Cascarilla de cebada	ZnCl <sub>2</sub> , R.I. (g/g) 0.5, 1 y 1.5	n.a.	436 °C por 20, min.	811.44 m <sup>2</sup> /g, 71% mesoporos y 28% microporos.	n.d.
[30]	Pulpa de papel	KOH R.I. (g/g) de 1 a 2	800°C por 3 h.	400 y 600°C por 1 y 2 h.	250-770 m <sup>2</sup> /g	Azul de metileno
[31]	Semillas de eucalipto	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (R.I. 200 mL ácido/100 g muestra)	n.a.	600°C por 2 h.	2009 y 1027 m <sup>2</sup> /g, 0.65 y 0.32 cm <sup>3</sup> /g	Fenol
[32]	Cascarilla de arroz	NaOH R.I de 1:10 (g/V)	n.a.	650 °C por 1 h	253.4 m <sup>2</sup> /g y 0.17 cm <sup>3</sup> /g	Zn(II)

n.d. = No disponible

n.a= No aplica

R.I = relación de impregnación

\* = estudio en donde se llevó a cabo una optimización

Debido a que actualmente no existen reportes acerca del uso del pericarpio de maíz como precursor de carbón activado y es un residuo con alta disponibilidad en Monterrey y su área metropolitana, aunado a que se ha probado su uso como material adsorbente [7], en el presente estudio se eligió al pericarpio de maíz como precursor de CA.

## **2.2 Características del pericarpio de maíz**

El pericarpio de maíz es la parte estructural más externa del grano, cuyo espesor varía normalmente entre 60 a 80  $\mu\text{m}$ , el cual está formado por un tejido denso y correoso, cuya composición es 77.7 % fibra, 9.1 % proteína, 5.3 % almidón, 3.8 % grasa y 4.1 % de otras sustancias. Además, el pericarpio tiene un peso de aproximadamente el 5 % del peso total del maíz, y se compone de hemicelulosa y en menor medida de celulosa, los cuales tienen importancia para la alimentación como fibra dietética [24].

El maíz es uno de los cereales más cultivados en el mundo, su producción se destina tanto para la alimentación como para la producción de aceites y combustibles. En la industria alimenticia, la producción de harinas instantáneas es uno de los principales productos que se obtienen del maíz [11].

En México, los procesos industriales del maíz incluyen la producción de harinas para tortillas y otros derivados, pequeñas cantidades de hidróxido de calcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) para modificar las propiedades físicas del almidón. Este proceso se conoce como nixtamalización en México y Centroamérica. El agregado alcalino

actúa como agente activo y forma enlaces químicos tipo entrecruzamiento entre las cadenas poliméricas de almidón por medio de iones de  $\text{Ca}^{2+}$  lo cual hace que el almidón de las harinas cambie sus propiedades físicas, en especial las que tienen que ver con la estructura del gránulo durante su gelatinización [11]

El tratamiento térmico-alkalino está orientado principalmente a degradar la estructura del pericarpio o película envolvente, para permitir la entrada de agua al grano [11]. Sin embargo, al utilizar el proceso tradicional para preparar masa y harinas instantáneas, ocurren pérdidas importantes de tiamina, niacina, riboflavina, grasa, fibra y calcio. La mayoría de estos nutrientes y otros componentes perdidos se encuentran en las porciones externas del grano. La mayor parte del calcio es retenido en el pericarpio, el cual es desechado hacia las aguas residuales de dichas industrias [15].

El nejayote, principal residuo de la nixtamalización, contiene al pericarpio del maíz más el caldo de cal. El nejayote contiene altas concentraciones de materia orgánica en suspensión (5-50 g/L) que incrementan los valores de Demanda Bioquímica de Oxígeno ( $\text{DBO}_5$ ), tiene una temperatura de 60-80 °C y un pH alcalino (10-14) [15]. Aunque este residuo no se clasifica como peligroso, su tratamiento es importante debido al volumen de desecho involucrado, la pirólisis del pericarpio de maíz permitirá disminuir las concentraciones de materia orgánica en suspensión, favoreciendo que la DBO disminuya; sin embargo, no resulta una solución integral para tratar dicho efluente [25]. De igual manera se llevará a cabo un análisis del perfil ambiental del proceso de producción de CA



a partir de pericarpio de maíz para determinar la contribución que tiene el mismo a los impactos ambientales.

### **2.3 Análisis de ciclo de vida (ACV)**

Durante el siglo XX, la creciente sensibilización respecto al impacto de las actividades humanas en el medio ambiente ha dado lugar al desarrollo y uso de diferentes metodologías, tecnologías, medidas normativas y políticas ambientales, con la finalidad de minimizar o eliminar los efectos negativos sobre el medio ambiente [26].

Los problemas ambientales han sido resueltos tomando en cuenta situaciones específicas, lo cual no representa una solución a largo plazo, ya que solo se trasladan los efectos de los impactos ambientales entre vectores (aire, agua o suelo), o a través del tiempo, sin lograr solucionar dichos impactos desde una perspectiva global [27]

El Análisis de Ciclo de Vida (ACV) es una metodología que permite evaluar los impactos ambientales potenciales de un producto o servicio, desde un enfoque global, considerando todas las etapas de vida del mismo, desde la extracción de materias primas hasta la disposición final, o como también se denomina de la cuna a la tumba, tomando en cuenta todos los vectores (aire, agua y suelo) afectados a lo largo del ciclo de vida [27].

La *International Standards Organisation* (ISO) ha estandarizado la metodología de ACV, a través de la norma ISO 14040 especificando que, para determinar los impactos ambientales, se requiere compilar un inventario de las entradas y salidas relevantes del sistema, evaluando los daños ambientales generados durante dichas entradas y salidas, e interpretando los resultados de impacto ambiental en cada fase del inventario, con relación a los objetivos del estudio.

El ACV reconoce cuatro etapas principales, que son: la definición de objetivo y alcance del sistema a estudiar, el análisis de inventario del ciclo de vida, la evaluación del impacto de ciclo de vida y la interpretación del ciclo de vida, según lo mostrado en la figura 3 [20].

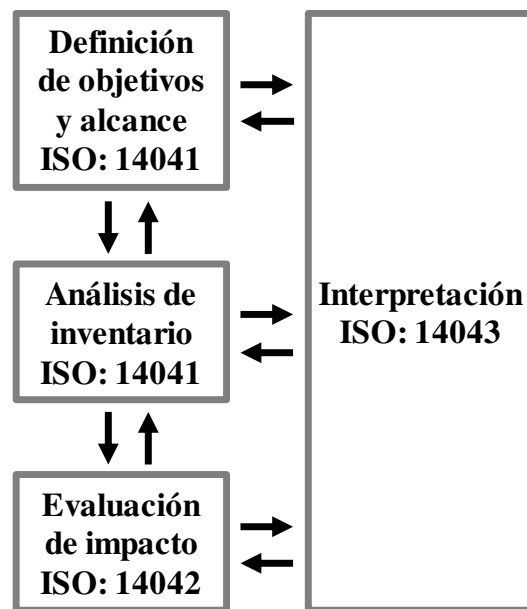


Figura 3. Etapas del análisis de ciclo de vida, según la Norma ISO 14040.

### **2.3.1 Etapas del análisis de ciclo de vida**

#### **2.3.1.1 Definición de objetivo y alcance del estudio**

En esta etapa se define el tema de estudio, los objetivos que llevaron a realizar dicha evaluación, así como el alcance que tendrá el mismo. También se establece la unidad funcional, la cual se refiere a la cantidad de productos o servicios necesarios para cumplir la función que se analiza; sirve para llevar a cabo una comparación entre sistemas y a partir de ella se cuantifican todas las entradas y salidas del sistema estudiado.

Dentro de esta etapa se establecen los límites del sistema a analizar, ya que debido a la naturaleza global del ACV, un estudio de este tipo puede resultar extenso, por esta razón es importante que los límites queden bien identificados, de manera que se especifique que etapas formarán parte del estudio. Varios factores se toman en cuenta al establecer los límites, dentro de los más importantes destacan, la aplicación prevista del estudio, las hipótesis planteadas, los datos y limitaciones económicas, entre otros [28]

#### **2.3.1.2 Análisis de inventario (ICV)**

Esta etapa comprende la obtención de datos y los procedimientos de cálculo para cuantificar las entradas y salidas del sistema, a través de la unidad funcional. Esas entradas y salidas incluyen el uso de recursos y las emisiones al aire, agua y suelo asociadas por el sistema a lo largo del ciclo de vida, es decir, desde la extracción de las materias primas hasta la disposición final.

Cuando se trabaja con un sistema que implique varios productos se deberán asignar los flujos de materia y energía, así como las emisiones que le correspondan a cada producto o subproducto [28].

#### **2.3.1.3 Evaluación del impacto (EICV)**

Esta etapa está dirigida a evaluar la importancia de los impactos ambientales potenciales generados por el producto o servicio estudiado, utilizando los resultados del análisis de inventario. En general, implica la asociación de datos recopilados durante el inventario con impactos ambientales específicos, tratando de valorar dichos impactos. El nivel de detalle utilizado al evaluar los impactos dependerá del objetivo y el alcance de cada estudio [29].

Debido a que en la practica el Inventario de Ciclo de Vida (ICV) es una larga lista de recursos utilizados y emisiones, la evaluación del impacto permite determinar la importancia relativa de cada elemento del inventario, agrupar las intervenciones en un conjunto de indicadores o inclusive en un solo indicador global, dependiendo del método de EICV seleccionado para cada estudio [27].

La normativa ISO 14042 distingue elementos opcionales y obligatorios a llevar a cabo para esta etapa del análisis, siendo los elementos obligatorios [29] los que se describen a continuación:

-Selección. En este paso se seleccionan las categorías de impacto (las cuales representan los impactos ambientales de los cuales se desean obtener

resultados) y los métodos de caracterización que se van a considerar en el estudio.

-Clasificación. Es la asignación de los datos del inventario a las diferentes categorías de impacto. Si una sustancia contribuye a varias categorías de impacto, tiene que ser tomada en cuenta en todas estas categorías. En la tabla 2 se muestran las principales categorías de impacto ambiental, su correspondiente factor de caracterización y unidad de referencia, contempladas por la SETAC (Sociedad de Toxicología y Química Ambiental) de modo ilustrativo.

Tabla 2. Categorías de impacto ambiental contempladas por la SETAC [30].

Categoría de impacto ambiental		Unidad de referencia	Factor de caracterización
CALENTAMIENTO GLOBAL	Fenómeno observado en las medidas de la temperatura, que muestra en promedio un aumento en la temperatura de la atmósfera y de los océanos en las últimas décadas.	kg Eq. CO <sub>2</sub> (kilogramos equivalentes de dióxido de carbono)	Potencial de Calentamiento Global
CONSUMO DE RECURSOS ENERGÉTICOS	Energía consumida en la obtención de las materias primas, fabricación, distribución, uso y fin de vida del elemento analizado.	MJ (Mega Joules consumidos)	Cantidad Consumida
REDUCCIÓN DE LA CAPA DE OZONO	Efectos negativos sobre la capacidad de protección frente a las radiaciones ultravioletas solares de la capa de ozono atmosférica.	kg Eq. CFC-11 (kilogramos equivalentes de clorofluorocarbono 11)	Potencial de Agotamiento de la Capa de Ozono
EUTROFIZACIÓN	Crecimiento excesivo de la población de algas, originado por el enriquecimiento artificial de las aguas de ríos y embalses como consecuencia del empleo masivo de fertilizantes y detergentes, que provoca un alto consumo de oxígeno del agua.	kg Eq. NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (kilogramos equivalentes de nitratos)	Potencial de Eutrofización
ACIDIFICACIÓN	Pérdida de la capacidad neutralizante del suelo y del agua, como consecuencia del retorno a la superficie de la tierra, en forma de ácidos, de los óxidos de azufre y nitrógeno descargados a la atmósfera.	kg Eq. SO <sub>2</sub> (kilogramos equivalentes de dióxido de azufre)	Potencial de Acidificación
CONSUMO DE MATERIAS PRIMAS	Consumo de materiales extraídos de la naturaleza.	kg Eq. TM (tulio)	Cantidad Consumida
FORMACIÓN DE OXIDANTES FOTOQUÍMICOS	Formación de los precursores que dan lugar a la contaminación fotoquímica. La luz solar incide sobre dichos precursores, provocando la formación de una serie de compuestos conocidos como oxidantes fotoquímicos (el ozono-O <sub>3</sub> es el más importante por su abundancia y toxicidad).	kg Eq. C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	Potencial de formación de oxidantes fotoquímicos

-Caracterización. Una vez que cada sustancia del ICV sea asignada a una o más categorías de impacto ambiental a través de la clasificación, se compara su valor con respecto a la sustancia de referencia de dicha categoría. Esto se lleva a cabo a través de los factores de caracterización (representan la contribución de una sustancia a una determinada categoría de impacto en relación a la sustancia de referencia en dicha categoría). Cada sustancia es

multiplicada por su correspondiente factor de caracterización, de tal manera que se puedan obtener valores con unidades equivalentes.

A modo de ejemplo, se muestran algunos factores de caracterización correspondientes a la categoría de calentamiento global según la metodología del IPCC (*Intergovernmental Panel of Climate Change*) 2007.

Tabla 3. Potencial de calentamiento global de los principales gases de efecto invernadero según IPCC 2007 [31].

Factores de caracterización para la categoría de calentamiento global		
		Factor de caracterización kg CO <sub>2</sub> Eq.
Sustancia		IPCC 2007
Dióxido de carbono	CO <sub>2</sub>	1
Metano	CH <sub>4</sub>	21
Óxido nitroso	N <sub>2</sub> O	298
Hidrofluorocarbonos	HFCs	124-14.80
Hexafluoruro de azufre	SF <sub>6</sub>	22.80

Dentro de los elementos opcionales encontramos los siguientes:

-Normalización. Es el cálculo de la magnitud del indicador de impacto. Se calcula en base a información de referencia que fue previamente caracterizada bajo el mismo método de caracterización que se haya seleccionado.

-Agrupación. Es el proceso de clasificar las categorías de impacto por grupos de impacto similar o en una jerarquía determinada, por ejemplo, de alta, media o baja prioridad.

-Ponderación. Consiste en establecer factores que otorgan una importancia relativa a las distintas categorías de impacto en el caso de que la metodología

incluya una normalización, a partir de los valores normalizados, multiplicándolos por su factor de ponderación. Posteriormente se suman todos ellos para obtener una puntuación única total del impacto ambiental del sistema.

-Análisis de calidad de los datos. Se considera obligatorio en ACV comparativos, se realiza con la finalidad de conocer la fiabilidad de los datos.

#### **2.3.1.4 Interpretación**

La interpretación es la fase del ACV donde se combinan los resultados del análisis de inventario de ciclo de vida con la evaluación del impacto. Los resultados de esta interpretación permiten obtener conclusiones y recomendaciones para la toma de decisiones. Aquí se identifica cual proceso unitario genera una mayor contribución a los impactos ambientales, así como al realizar un ACV comparativo llegar a concluir cual de los productos o servicios analizados presentan un mejor comportamiento ambiental [32].

#### **2.3.2 Metodologías de análisis de evaluación de inventario de ciclo de vida**

Existen diferentes metodologías estandarizadas para evaluar el inventario de ciclo de vida, los modelos de caracterización que se usan en dichas metodologías deben reflejar el mecanismo ambiental bajo el cual las sustancias ocasionan un determinado nivel de daño ambiental [27].

Una diferencia importante entre los métodos de evaluación reside en la opción de analizar el efecto último de impacto ambiental (*endpoint*), o considerar efectos intermedios (*midpoint*). Las categorías de impacto intermedias permiten



generar una evaluación más cercana a la intervención ambiental, ya que nos pueden decir cuánto cambio climático, agotamiento de combustibles fósiles, acidificación, eutrofización, entre otras categorías, genera un producto o servicio y en particular, nos especifica la cantidad de cada contribución a estos impactos. Las categorías de impacto final son variables globales que representan un grado de afección más general (a los recursos, a la salud o a las especies) por lo cual su interpretación resulta más comprensible [33].

Según lo reportado en la literatura las metodologías más utilizadas son CML, Eco-indicador 99, IMPACT 2002 y ReCiPe. La metodología CML (2001) propone una lista de categorías de impacto clasificadas en tres grupos. Eco-indicador 99 es un método de análisis de daño efecto (*Endpoint*), muestra 11 categorías de impacto y modela el daño producido por emisiones mediante el análisis de destino, exposición, efectos y, finalmente, el análisis de daños agrupando los impactos en tres grandes categorías: daño a la salud humana, ecosistemas y a los recursos naturales. IMPACT 2002 combina la metodología de análisis *midpoint* con *endpoint* siendo un compendio de varios métodos anteriores, muestra 15 categorías de impacto y los efectos considerados son: calidad del ecosistema, salud humana, recursos y cambio climático. El método ReCiPe combina las ventajas de los métodos CML2001 y Eco-indicator 99, cuenta con 17 categorías de impacto, la ventaja de este método es su solidez científica, ha mejorado los modelos para el cambio climático, la destrucción de la capa de ozono, acidificación, eutrofización, uso del suelo, agotamiento de

recursos, los factores de caracterización para algunas categorías de impacto y para la normalización [34].

### **2.3.2.1 Metodología ReCiPe**

La metodología ReCiPe para la evaluación del impacto de ciclo de vida, estandarizada por la ISO 14040 y 14044, permite traducir emisiones y uso de recursos naturales en un número limitado de resultados de impacto ambiental por medio de los factores de caracterización.

Dentro de la metodología existen dos formas principales de derivar factores de caracterización, es decir, a nivel de punto medio y a nivel de punto final. ReCiPe calcula 18 indicadores de punto medio y 3 indicadores de punto final, además permite calcular un único indicador global del sistema, que refleja el daño que el sistema analizado ocasiona sobre la naturaleza y se denomina “*single score*”. Los indicadores de punto medio se centran en problemas ambientales únicos, por ejemplo, el cambio climático. Los indicadores finales muestran el impacto ambiental en tres niveles de agregación más altos, daño a la salud humana, daño a los ecosistemas y daño a los recursos naturales, como se observa en la Figura 4. La conversión de puntos medios a puntos finales implica la interpretación de los resultados del ICV [35].

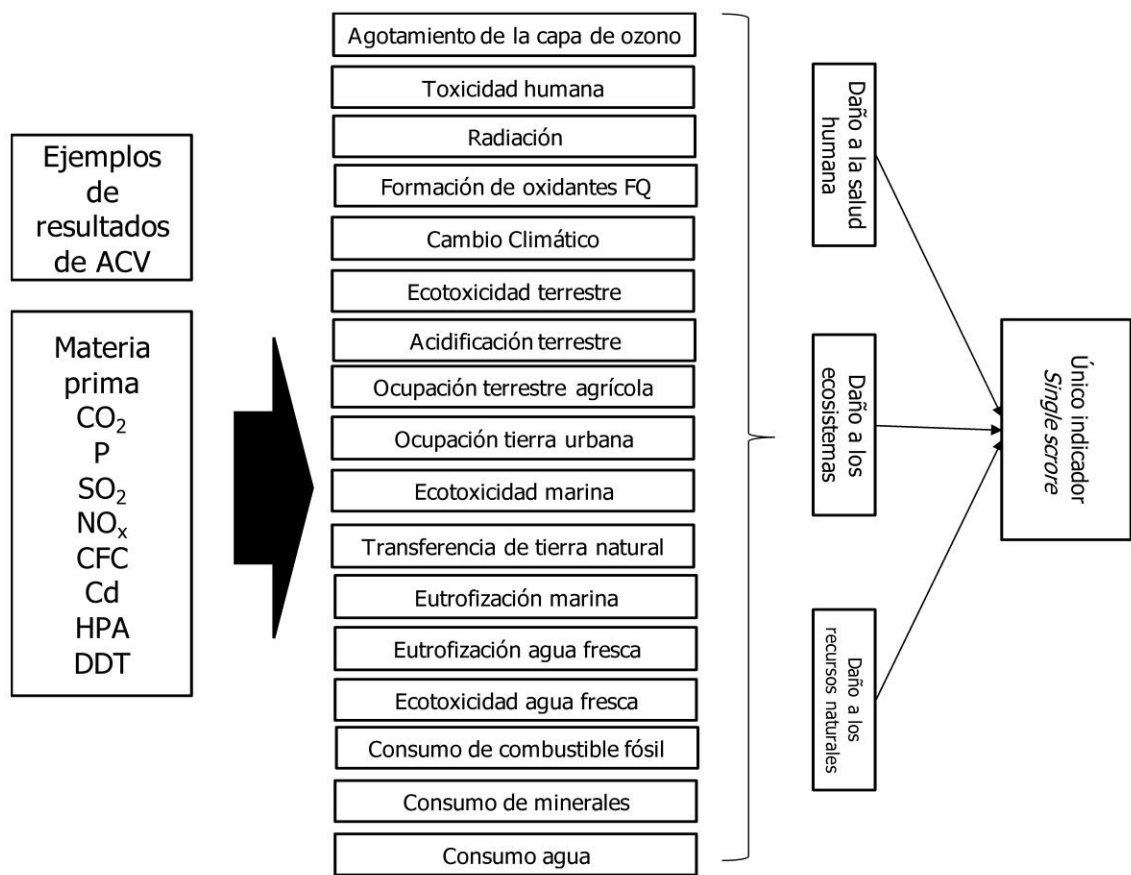
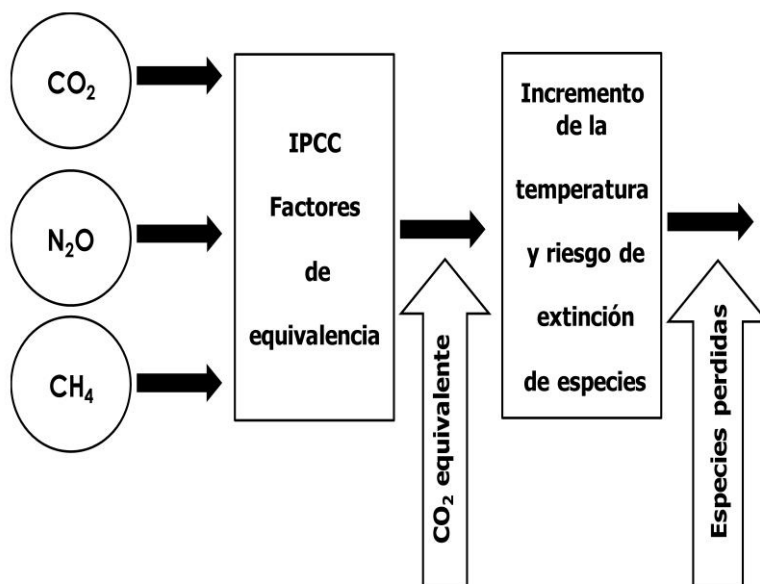


Figura 4. Relación entre los parámetros (izquierda), indicadores de punto medio (centro) e indicadores de punto final (derecha) del método ReCiPe 2008 [35].

El método ReCiPe utiliza un mecanismo ambiental para llevar a cabo el modelado de los impactos ambientales. Un mecanismo ambiental puede ser visto como una serie de efectos que en conjunto pueden generar un cierto nivel de daño hacia la salud humana o los ecosistemas. Por ejemplo, para el cambio climático, un número conocido de sustancias aumentan el forzamiento radiativo, esto significa que hay un impedimento para que el calor que llega a la tierra sea irradiado hacia el espacio, como resultado más energía está atrapada en la tierra y la temperatura global aumenta. En respuesta a este fenómeno podemos esperar que se generen cambios en los hábitats de los organismos vivos

ocasionando que haya extinción de especies, a modo ilustrativo se puede observar este efecto en la Figura 5 [35].



*Figura 5. Ejemplo de un mecanismo ambiental que sirve como base para el modelado de los impactos ambientales, para el cambio climático [35].*

### 2.3.3 Análisis de ciclo de vida acerca de carbón activado

El ACV constituye un marco objetivo y científicamente robusto para la evaluación de impactos ambientales, así como para el apoyo en la toma de decisiones ambientales.

Debido al uso extendido del carbón activado en la purificación de agua residual y de uso doméstico, resulta relevante conocer los impactos que genera dicho proceso, así como la selección de las categorías de impacto ambiental que mejor reflejen el nivel de daño ocasionado por el producto; dentro de la revisión de literatura realizada en dicho trabajo se tiene conocimiento de que solo existen dos artículos científicos que analizan los impactos generados por la producción de carbón activado. En la Tabla 2 se muestran los resultados

obtenidos y algunas observaciones importantes a las cuales se llegó en dichos artículos.

*Tabla 4. Estudios de análisis de ciclo de vida acerca de la producción de carbón activado.*

Unidad funcional	Categorías de impacto analizadas	Resultados obtenidos	Observaciones	Referencia
1 kg de carbón activado	Agotamiento de recursos abióticos	0.79 kg Sb eq.	El uso de ácido fósfórico y electricidad en la producción de carbón activado fueron los principales factores responsables de la mayoría de los impactos. Metodología usada para la EICV: CML 2000	[18]
	Acidificación terrestre	0.108 kg SO <sub>2</sub> eq.		
	Eutrofización de agua fresca	0.033 kg PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> eq.		
	Cambio climático	11.096 kg CO <sub>2</sub> eq.		
	Agotamiento de la capa de ozono	5.45E-07 kg CFC-11 eq.		
	Oxidación fotoquímica	0.007 kg C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> eq.		
	Toxicidad humana	5.260 kg 1,4DB eq.		
	Ecotoxicidad de agua fresca	4.899 kg 1,4DB eq.		
	Ecotoxicidad terrestre	0.016 kg 1,4DB eq.		
Demanda acumulada de energía		167.63 MJ		
1 tonelada de carbón activado	Acidificación terrestre	4.1 E-11 *	Los diversos escenarios propuestos en este estudio muestran que el uso de fuentes de energía renovables para la producción de CA reducirá hasta en un 60 % los impactos sobre la toxicidad humana y cambio climático. Metodología usada para EICV: CML 2001	[32]
	Cambio climático	2.1 E-11 *		
	Formación de oxidantes fotoquímicos	1.6 E-11 *		
	Uso de energía proveniente de recursos no renovables	1.04 E 4 *		
	Toxicidad humana	1.2 E-11 *		
	Ecotoxicidad de agua fresca	2.2 E-11 *		
	Ecotoxicidad terrestre	1.1 E*11 *		

\*Cantidades normalizadas: (Normalización: global, año 2013, CML-2001, unidades equivalentes de personas, donde una persona equivalente representa el promedio global anual de impacto per cápita en la categoría específica).

Como se puede observar en la Tabla 2, las categorías de impacto ambiental en común para los dos estudios son el cambio climático, la acidificación terrestre, la ecotoxicidad terrestre y marina, la toxicidad humana y el uso de energía; sin embargo, en los resultados del primer estudio se reflejan valores equivalentes característicos del método CML para cada categoría de impacto analizado, mientras que el segundo estudio refleja resultados normalizados. Es destacable que para ambos estudios eligieron la metodología CML para la EICV. Derivado de ambos análisis se puede concluir que los dos retos más importantes en el

proceso de producción de CA es reducir el consumo de energía de fuentes fósiles y seleccionar un agente activante apropiado, debido a la contribución hacia los impactos ambientales que tienen estos dos insumos dentro del proceso productivo.

En el presente proyecto de investigación se estudió la optimización de la producción de carbón a partir de pericarpio de maíz, mediante el análisis de superficie de respuesta y de ciclo de vida, involucrando respuestas técnicas y ambientales que señalen la viabilidad de dicho procedimiento desde un enfoque sustentable, ya que actualmente no existen estudios reportados acerca de una optimización que incluya respuestas que reflejen el nivel de impacto que genera un proceso o producto. Actualmente se cuentan con estudios de optimización simultánea que involucran únicamente respuestas como rendimiento, número de yodo, capacidad de adsorción, dureza, etc [8, 29, 18]. Aunado a esto se reportan estudios acerca del análisis de ciclo de vida de la producción de carbón activado, sin tomar en cuenta los resultados del ACV para generar una optimización del proceso [20, 41].

## **Capítulo 3**

### **Hipótesis y objetivos**

#### **3.1 Hipótesis**

El impacto ambiental de la producción de carbón activado a partir de pericarpio de maíz puede ser reducido optimizando el proceso mediante los análisis de ciclo de vida y de superficie de respuesta.

#### **3.2 Objetivo**

Optimizar el proceso de producción de un carbón activado a partir de pericarpio de maíz, mediante la aplicación del análisis de ciclo de vida y de superficie de respuesta.

##### **3.2.1 Objetivos específicos**

- Definir las fronteras y la unidad funcional del proceso de producción de carbón activado a partir de pericarpio de maíz.
- Realizar el inventario del ciclo de vida de la producción del carbón activado y cuantificar los impactos ambientales mediante el método ReCiPe.
- Caracterizar el pericarpio de maíz mediante las técnicas de TGA, análisis elemental y proximal con la finalidad de establecer el rango de temperaturas de operación, el porcentaje de carbono fijo, materia volátil, cenizas y humedad.

- Establecer los intervalos de relación de impregnación, temperatura y tiempo de activación para la producción del carbón activado con KOH a partir del pericarpio de maíz.
- Establecer las condiciones óptimas de producción de carbón activado mediante un diseño central compuesto, utilizando como variables de estudio el tiempo, la relación de impregnación y la temperatura; y como variables de respuesta la capacidad de adsorción, el rendimiento y el indicador “*single score*”.
- Caracterizar el carbón activado de pericarpio de maíz producido a condiciones óptimas, mediante las técnicas de titulación potenciométrica, fisisorción de nitrógeno, FTIR-ATR y SEM.



## **Capítulo 4**

### **Metodología**

#### **4.1 Preparación del precursor**

El pericarpio de maíz (PM) utilizado como precursor de carbón activado (CAPM) se obtuvo de un molino de nixtamal localizado en el municipio de Monterrey, N.L. El precursor se encontraba en una solución de hidróxido de calcio, por lo cual, previo a su uso se lavó con agua bidestilada, sedimentó y filtró, después se secó a 70 ° C durante 12 horas en una estufa SL SHEL LAB FX 14.

Previo a la pirólisis del material, se llevó a cabo la impregnación del PM con hidróxido de potasio (KOH), a dos relaciones de impregnación 0.75 y 1.5 g KOH/g PM. Se disolvieron en agua cantidades conocidas de hidróxido de potasio (30 y 60 g), se añadió la cantidad correspondiente de PM, luego la mezcla de la solución de KOH con el precursor se calentó y agitó en una placa de agitación magnética, hasta alcanzar la temperatura de ebullición por 110 minutos. Después el precursor impregnado se secó a 70 °C durante 12 horas en una estufa SL SHEL LAB FX 14.

## **4.2 Caracterización del precursor**

### **4.2.1 Análisis elemental y proximal**

Con la finalidad de conocer si el pericarpio de maíz es un buen precursor de carbón activado, se determinó el porcentaje de cenizas, carbono fijo, carbono total y humedad presente en la muestra a través de un análisis proximal, el cual se llevó a cabo según lo establecido en la norma ASTM-3175. De igual manera para conocer la cantidad de C, N, H, S elemental presente en la muestra se llevó a cabo un análisis elemental utilizando un analizador elemental (2400 Serie II, Perkin Elmer) a una temperatura de combustión de 974 °C, temperatura de reducción de 501 °C con un detector del horno a 82.6 °C a una presión de 244.3 mm Hg. Para conocer el porcentaje de calcio (Ca) que contenía la muestra debido a la naturaleza de la misma, se llevó a cabo una digestión del PM para luego determinar el contenido de Ca con la ayuda de un equipo de espectroscopia de absorción atómica.

### **4.2.2 Análisis termogravimétrico**

Para poder determinar la velocidad y el rango de temperatura de activación a la cual se llevará a cabo la producción del carbón activado, se realizó un análisis termogravimétrico, haciendo uso de un equipo TA Instruments Q500, a una velocidad de calentamiento de 6°C/min, en un intervalo de 25 a 1000°C, con un flujo a 100 mL/min de gas nitrógeno con una pureza 5.0.

### **4.3 Producción del carbón activado**

Las condiciones experimentales para llevar a cabo la producción de CA se determinaron a partir de un diseño central compuesto. El rango de temperatura de activación fue seleccionado con base en los resultados del análisis termogravimétrico realizado al PM, el tiempo y relación de impregnación fueron seleccionados con base en una revisión bibliográfica.

La biomasa seca de PM previamente obtenida se utilizó para llevar a cabo la producción del carbón activado, en un horno con reactor rotatorio de cuarzo Carbolite 3216, a una rampa de calentamiento de 6 °C/min, un flujo de nitrógeno de 1 L /min y una masa inicial de precursor de 40 gramos para todas las corridas experimentales, a diferentes temperaturas (A), tiempos de activación (B) y relaciones de impregnación de hidróxido de potasio (C), como se observa en la Tabla 5. Experimentos fueron realizados sin agregar agente activante.

Tabla 5. Matriz experimental de las corridas de producción de carbón activado según el diseño central compuesto.

Corrida	(A) Temperatura de activación (°C)	(B) Tiempo de activación (minutos)	(C) Relación de impregnación (g KOH/ g PM)
1	650	60	0.75
2	500	60	0.75
3	350	20	0
4	650	60	0.75
5	500	60	0
6	500	20	0.75
7	500	60	0
8	650	100	0
9	350	100	0
10	350	20	1.5
11	500	20	0.75
12	650	20	1.5
13	350	100	1.5
14	350	100	1.5
15	650	100	1.5
16	650	100	1.5
17	500	60	0.75
18	350	60	0.75
19	650	20	0
20	350	60	0.75
21	350	20	1.5
22	650	20	1.5
23	500	100	0.75
24	500	100	0.75
25	350	100	0
26	650	100	0
27	500	60	1.5
28	500	60	1.5
29	650	20	0
30	350	20	0

#### **4.4 Análisis de ciclo de vida**

Para llevar a cabo la cuantificación de los impactos ambientales se realizó un ACV, siguiendo la metodología de la ISO 14040 y 14044 [31, 37]. La modelación del flujo de materiales y energía, así como el cálculo de los impactos ambientales se realizaron con el apoyo del Software *SimaPro 8.0*.

Para la integración del inventario de ciclo de vida se empleó la base de datos *Ecoinvent 3.1* (para obtener los impactos asociados a la producción de los insumos), datos recopilados durante la producción del CA y balances de energía para cuantificar el consumo de energía de cada etapa del proceso de producción. Los balances de energía para la etapa de impregnación, pirólisis y secado se muestran detalladamente en el Anexo 1.

Con el fin de estimar la cantidad de Compuestos Orgánicos Volátiles (COV) emitidos durante el proceso de pirólisis, se llevaron a cabo análisis termogravimétricos, simulando las condiciones de producción del carbón activado reportadas en la Tabla 5. La cantidad de COV emitidos en las corridas experimentales se calculó escalando la cantidad de muestra estudiada en los análisis termogravimétricos a la cantidad usada en las corridas experimentales. Los termogramas a partir de los cuales se derivó el cálculo de los COV emitidos se muestran en el Anexo 2.

El sistema analizado se enfoca en la producción de carbón activado a escala laboratorio. Como unidad funcional se seleccionó 1 kg de CA producido. La

Figura 6 muestra las etapas que conforman al sistema, las cuales son: el módulo de impregnación, módulo de pirólisis, módulo de lavado y módulo de secado. Se encuentran fuera de los límites del sistema el transporte de los materiales, distribución, venta, uso y disposición final del producto. No se consideran las emisiones ocasionadas por la solución de hidróxido de calcio del proceso de lavado del pericarpio, debido a que la solución se dispuso conforme a los lineamientos del sistema de disposición de los residuos de la Facultad de Ciencias Químicas de la UANL, y ya que dicha solución será sometida a un proceso de tratamiento, esto se encuentra fuera de los límites del sistema de producción de CA.

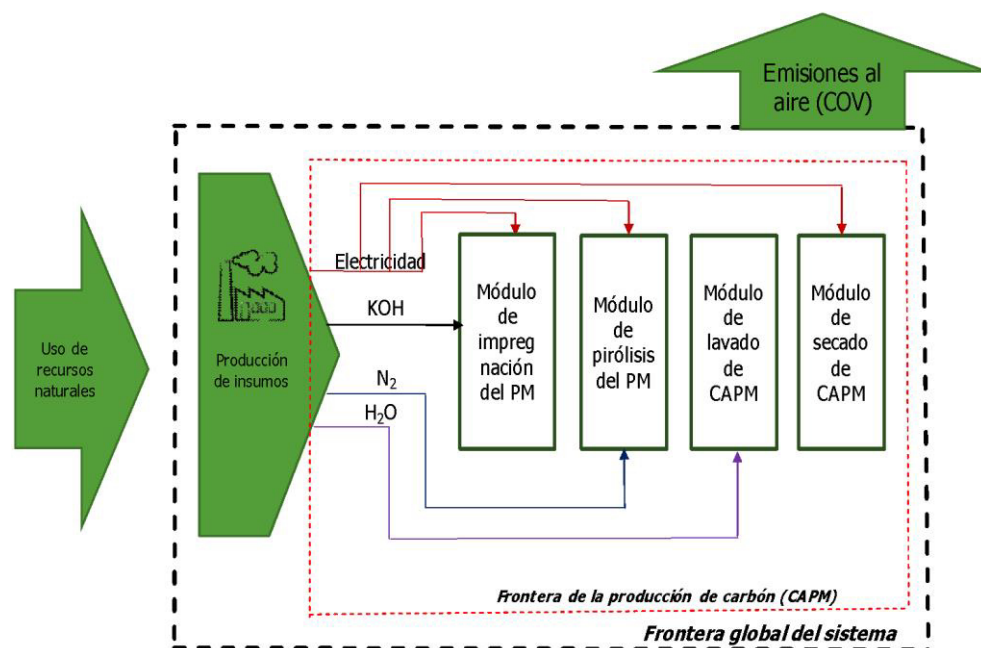


Figura 6. Esquema general de las fronteras del sistema de producción de carbón activado.

El procedimiento de asignación de las entradas y salidas al sistema se realizó en base a la masa entrante a todos los procesos, así como las entradas de energía correspondientes a los módulos productivos.

Las categorías de impacto seleccionadas corresponden a las establecidas en el método ReCiPe, 18 categorías de impacto de punto medio, tres categorías de punto final y un único valor global del sistema “*single score*”. Se seleccionó este método debido a que se requería encontrar un único valor global de impacto ambiental generado por el proceso para luego ser usado en la optimización de la producción de CA. En la Tabla 6 se detallan las categorías de impacto utilizadas, así como su correspondiente unidad relativa de impacto.

Tabla 6. Categorías de impacto según el método ReCiPe 2008.

Categorías de impacto	Área de daño según ReCiPe	Unidad relativa de impacto	
Midpoint			
Agotamiento del ozono	Salud humana	kg CFC-11 eq	(Clorofluorocarbano 11 equivalente)
Toxicidad humana	Salud humana	kg 1,4-DB eq	(1,4 Diclorobenceno equivalente)
Radiación ionizante	Salud humana	kg U-235 eq	(Uranio 235 equivalente)
Formación de oxidantes fotoquímicos	Salud humana	kg NMVOC	(Compuestos orgánicos volátiles diferentes al metano equivalentes)
Formación de partículas	Salud humana	kg PM <sub>10</sub> eq	(Partículas micrométricas menores a 10 equivalentes)
Cambio climático	Salud humana y ecosistemas	kg CO <sub>2</sub> eq	(Dióxido de carbono equivalente)
Ecotoxicidad terrestre	Ecosistemas	kg 1,4-DB eq	(1, 4 Diclorobenceno equivalente)
Acidificación terrestre	Ecosistemas	kg SO <sub>2</sub> eq	(Dióxido de azufre equivalente)
Ocupación de tierra agrícola	Ecosistemas	m <sup>2</sup> a	(Metros cuadrados por año)
Ocupación de tierra urbana	Ecosistemas	m <sup>2</sup> a	(Metros cuadrados por año)
Transformación de tierra natural	Ecosistemas	m <sup>2</sup>	(Metros cuadrados)
Ecotoxicidad marina	Ecosistemas	kg 1,4-DB eq	(1, 4 Diclorobenceno equivalente)
Eutrofización marina	-	kg N eq	(Nitrogeno equivalente)
Eutrofización de agua fresca	Ecosistemas	kg P eq	(Fosforo equivalente)
Ecotoxicidad de agua fresca	Ecosistemas	kg 1,4-DB eq	(1, 4 Diclorobenceno equivalente)
Agotamiento de combustibles fósiles	Recursos naturales	kg oil eq	(Petróleo equivalente)
Agotamiento de minerales	Recursos naturales	kg Fe eq	(Hierro equivalente)
Agotamiento de agua	-	m <sup>3</sup>	(Metros cubicos)
Endpoint			
Daño a la salud humana	-	DALI	Años de vida perdidos por discapacidad
Daño al ecosistema	-	Species yr	Especies perdidas durante un año
Recursos	-	Surplus cost	Incremento en el costo
Single score	-	Pt	Puntos de daño que ocasiona el sistema a la naturaleza

\*Pt= Los puntos son un sistema de medida de los impactos ambientales, siendo un punto la centésima parte de la carga ambiental anual de un ciudadano medio europeo.



#### 4.5 Análisis estadístico y optimización

Para llevar a cabo la optimización de la producción de carbón activado, se utilizó un diseño central compuesto. Tres respuestas (rendimiento, capacidad de adsorción de naranja de metilo e indicador de impacto ambiental “*single score*”) fueron simultáneamente optimizadas mediante el estudio de los factores a diferentes niveles como se muestra en la Tabla 7. Para llevar a cabo la optimización se usó la función de deseabilidad, en donde se buscó de manera simultánea maximizar la capacidad de adsorción de naranja de metilo y el rendimiento, y minimizar el impacto ambiental. La optimización se llevó a cabo con la ayuda del software *Design expert* (versión 7.0.0, Stat-Ease, Inc., USA).

Tabla 7. Niveles y factores usados en el diseño de experimentos para la producción de carbón activado.

Variables independientes	Factores codificados	Niveles codificados		
		-1	0	1
		Niveles reales		
Temperatura (°C)	A	350	500	650
Tiempo de activación (min)	B	20	60	100
Relación de impregnación (g KOH/ g PM)	C	0	0.75	1.5

Para la obtención de las respuestas se procedió a calcular los valores necesarios como se describe enseguida.

#### 4.5.1 Porcentaje de rendimiento

El porcentaje de rendimiento (%R) del carbón obtenido por cada corrida del diseño experimental, se obtuvo haciendo uso de la siguiente expresión:

$$\%R = \frac{g_{CAPM \text{ lavado}}}{g_{PM}} \times 100 \quad \text{Ec.3}$$

Donde:  $g_{CAPM \text{ lavado}}$  son los gramos de carbón activado obtenido después de pasar por el proceso de lavado (para eliminar el exceso de agente) y secado,  $g_{PM}$  es la masa inicial de precursor (PM impregnado y sin impregnar, según el experimento) en gramos que se sometió al proceso de pirólisis.

#### 4.5.2 Capacidad de adsorción

La capacidad de adsorción de un material en fase líquido-sólido, está dada por las interacciones entre el soluto en solución y los sitios activos de la superficie del adsorbente; por lo tanto, se ve afectada por el pH y temperatura de la solución, las propiedades de textura y fisicoquímicas del material adsorbente, y las características fisicoquímicas del adsorbato.

Para llevar a cabo las pruebas y determinar la capacidad de adsorción del material se verificaron algunas características del mismo, con la finalidad de elegir un adsorbato apropiado para la prueba de adsorción. Se eligieron tres puntos del diseño experimental (alto, medio y bajo) a los cuales se les determinó el punto de carga cero, el área superficial como se muestra en la sección 4.6.2 y 4.6.3, y se realizó una prueba preliminar de adsorción para determinar el tiempo en el cual se alcanzaba el equilibrio entre el soluto en solución y soluto en el sólido. El tiempo de equilibrio fue de 24 horas para todas

las pruebas de adsorción realizadas. Se eligió trabajar con naranja de metilo el cual es un colorante aniónico que se disocia a pH neutro ya que su valor de pKa de 3.46 [37], es menor al pH de punto de carga cero.

Para los estudios de adsorción por lotes, se mezclaron 0.125 g de CAPM (de las diferentes corridas producidas) con 25 mL de la solución acuosa del colorante de concentración inicial de 100 mg / L y pH 6, en tubos tipo Falcon de 50 mL. La mezcla se agitó a 200 rpm a temperatura ambiente, durante 24 horas, cada prueba se realizó por triplicado. La concentración inicial y final de la solución de colorante naranja de metilo se determinó usando un espectrofotómetro UV-VIS (Hatch DR-600) en longitud de onda de máxima absorción (464 nm) y el pH final de la solución se determinó con un equipo Thermo Scientific Orion Star A211. La cantidad de colorante adsorbido por carbón se calculó mediante un balance de materia como se muestra en la siguiente ecuación:

$$q = \frac{(C_0 - C)V}{W} \quad \text{Ec.4}$$

Donde: q es la cantidad de colorante adsorbido por el CA en mg/g,  $C_0$  corresponde a la concentración inicial en mg/L, C es la concentración final en mg/L, V es el volumen (L) de la solución y W la masa del carbón activado (g).

#### **4.5.3 Indicador de impacto ambiental de la producción de carbón activado**

Con la finalidad de incluir en la optimización de la producción de carbón activado criterios ambientales, se determinaron los impactos ambientales que genera el proceso. A través del ACV se cuantificó la puntuación de daño

ambiental que origina la producción de CA bajo las condiciones establecidas para este proyecto.

## **4.6 Caracterización del carbón activado**

### **4.6.1 Espectroscopia infrarroja**

Para poder determinar los grupos funcionales presentes en el pericarpio de maíz y llevar a cabo una comparación de la evolución de estos grupos después del proceso de producción de carbón activado, se llevó a cabo un análisis por espectroscopia infrarroja, mediante un espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (Microlab), en un intervalo de 650 a 4,000  $\text{cm}^{-1}$  en el modo de transmitancia.

### **4.6.2 Análisis por fisisorción de nitrógeno**

Con la finalidad de conocer el área específica desarrollada por el material se seleccionaron tres muestras del diseño experimental (punto alto, medio y bajo), además del CA obtenido a condiciones óptimas. Las muestras se desgasificaron durante una hora a 300 °C. La distribución del tamaño de poro y área específica se obtuvieron a partir de la isoterma de adsorción de nitrógeno a 77 °K, a diferentes presiones parciales; se usó la ecuación de BET para determinar el área específica y la ecuación de BJH para determinar la distribución de tamaño de poro. La isoterma de adsorción de nitrógeno se determinó utilizando un equipo Nova 2000e, Quantachrome.

#### **4.6.3 Punto de carga cero**

Para llevar a cabo la determinación del punto de carga cero de los puntos del diseño experimental seleccionados (alto, medio y bajo) y CA producido a condiciones óptimas se llevaron a cabo titulaciones potenciométricas; 13 volúmenes diferentes de NaOH y HCl 0.1 N se colocaron en matraces de aforación de 25 mL y se llenaron hasta la marca con solución de NaCl 0.1 N; a continuación, se añadieron 100 mg de carbón activado de pericarpio de maíz (CAOP) y carbón activado obtenido a condiciones óptimas (CAOP) a las soluciones y se agitaron a 200 rpm durante un periodo de 48 horas, a temperatura ambiente, luego del tiempo transcurrido las soluciones se filtraron con papel filtro Whatman No. 2. El pH final de las soluciones se midió con un potenciómetro Thermo Scientific Orion Star A211 previamente calibrado; se llevó a cabo una muestra de blanco de manera simultánea sin agregar CAPM o CAOP y bajo las mismas condiciones, según lo establecido por Noh y Schawarz 1999 [38].

#### **4.6.4 Análisis por microscopia electrónica de barrido (SEM-EDS)**

Con la finalidad de conocer y comparar los cambios en la estructura morfológica del carbón activado y del pericarpio de maíz se llevó a cabo un análisis por microscopia electrónica de barrido SEM-EDS con la ayuda de un equipo JSM-6510-LV marca JEOL, a una aceleración de 20 kV, una distancia de trabajo de 15 mm y un *spot size* de 55.

## Capítulo 5

### Resultados y discusión

#### 5.1 Características del precursor

##### 5.1.1 Análisis elemental y proximal

Para que un material precursor sea apropiado para la producción de CA, debe tener un alto contenido de carbono, bajo contenido de ceniza, alta disponibilidad y bajo costo. En la Tabla 8 se presentan los resultados del análisis elemental y proximal obtenido para el pericarpio de maíz.

*Tabla 8. Análisis elemental y proximal del pericarpio de maíz.*

Análisis	Contenido	Porcentaje en peso (%)
Elemental	C	32.2
	H	6.22
	O	56.42*
	N	2.99
	S	2.17
Proximal	Cenizas	6.45
	Carbón fijo	21.35
	Materia volátil	72.2
Determinación de calcio	Ca	9.95

\*El porcentaje de oxígeno fue obtenido por diferencia

De acuerdo con los datos mostrados en la Tabla 8 se puede concluir que el pericarpio de maíz es un material precursor apropiado para la producción de carbón activado según lo reportado en la literatura para materiales lignocelulósicos [22].

### 5.1.2 Análisis termogravimétrico (TGA)

En el termograma del pericarpio de maíz que se muestra en la Figura 5 se observa que el pericarpio de maíz se descompone principalmente en tres etapas, la primera etapa corresponde al 10 %, se da entre la temperatura ambiente y 200 °C y es equivalente a la pérdida de humedad. La segunda etapa se da entre 200 °C y 350 °C y corresponde a una pérdida de 40%; donde comienza la degradación de la fibra vegetal y se da la liberación de material volátil. La tercera ocurre entre 350 °C y 700 °C donde se pierde el 20 % de la masa de la muestra; esto se asocia a descomposición tanto de carbohidratos como de algunos compuestos inorgánicos presente en la muestra. Finalmente, se alcanza una fracción residual de 18 % cercano a los 1000 °C.

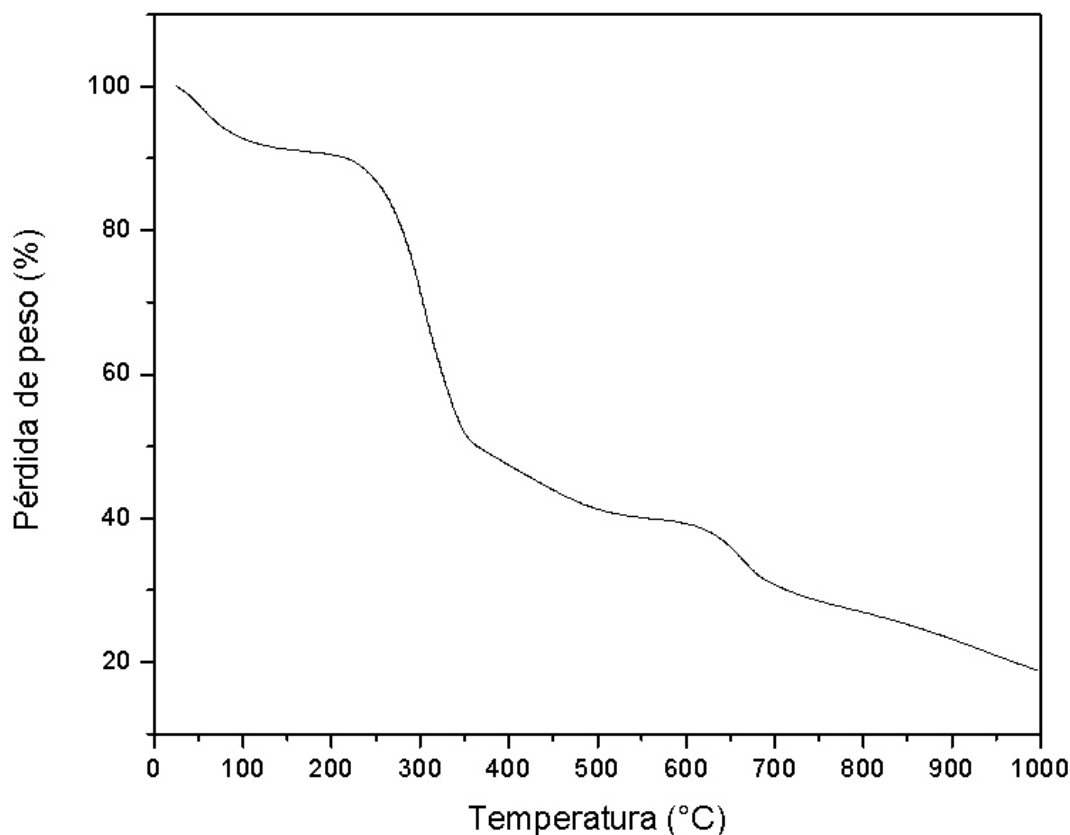


Figura 7. Análisis termogravimétrico del pericarpio de maíz.

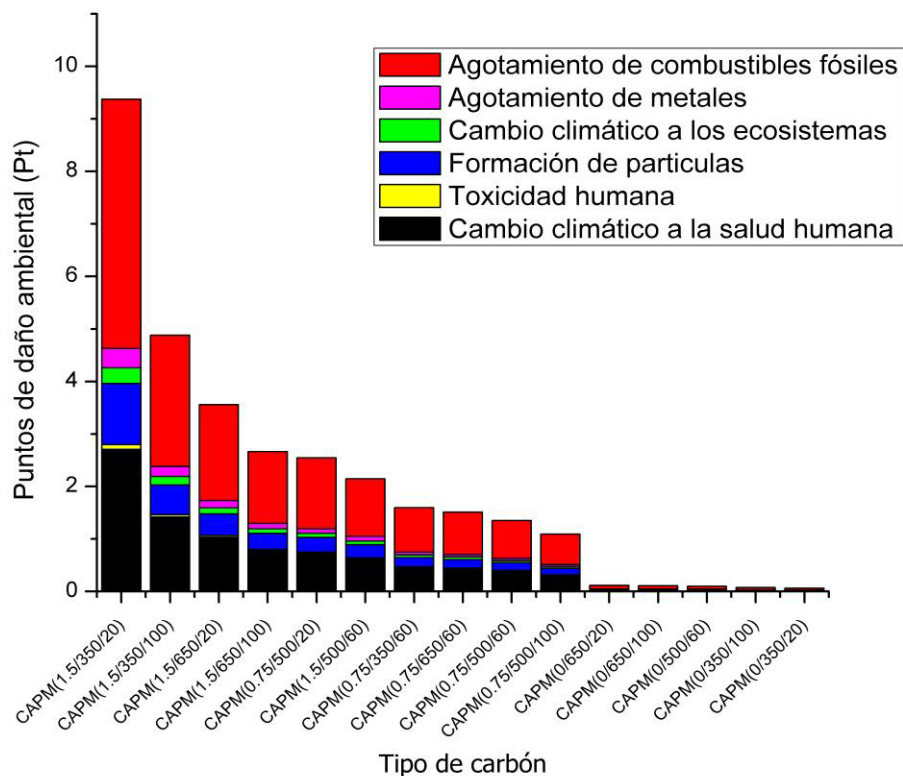
La segunda etapa observada en la Figura 7 puede estar principalmente asociada a la descomposición de almidón presente en el PM según lo reportado anteriormente [11]. La tercera etapa de descomposición corresponde a la degradación de carbohidratos, se sabe que la celulosa comienza su descomposición alrededor de los 240°C y la lignina alrededor de los 280 °C, sin embargo, tanto la lignina como algunos polisacáridos continúan su degradación a temperaturas por encima de los 550°C [39]. Con base en los resultados obtenidos se determinó llevar a cabo la pirólisis del pericarpio de maíz en el intervalo de temperatura comprendido entre los 350 y 650 °C, debido a que es la etapa intermedia en donde la celulosa, hemicelulosa y lignina se descomponen.

Los resultados obtenidos por TGA coinciden con lo reportado por Pineda-Gómez *et al.* 2011 [11], en donde se estudian las propiedades térmicas de harinas de maíz producidas mediante tratamientos térmicos alcalinos.

## **5.2 Análisis de ciclo de vida**

Los resultados finales del ACV se muestran en la Figura 8, en donde se observa una comparación entre los carbones producidos a diferentes condiciones de operación.





*Figura 8. Indicador de daño ambiental (single score) para el carbón activado de pericarpio de maíz producido a diferentes condiciones experimentales, dentro de los paréntesis tenemos las condiciones de producción de cada lote (relación de impregnación/temperatura/tiempo).*

La Figura 8 muestra que el uso de agente activante aumenta el nivel de daño ambiental de los carbones producidos, ya que el puntaje disminuye conforme la cantidad de agente activante es menor. Esto se debe a la suma de los impactos ocasionados por la producción del KOH más la energía eléctrica requerida para llevar a cabo la impregnación del material precursor.

En los carbones sin impregnar se observa que el consumo de energía eléctrica para llevar a cabo la pirólisis del material tiene la mayor contribución sobre los impactos ambientales. La diferencia entre el consumo de energía para producir un carbón de 350 ó 650 °C aumenta el nivel de daño ocasionado. Sin embargo,

la contribución del consumo de energía para llevar a cabo la pirólisis es menor a la contribución de la energía utilizada para llevar a cabo el proceso de impregnación.

Se identificó que tanto el uso del agente activante (KOH) como de energía eléctrica tienen la mayor contribución sobre la puntuación única de daño ambiental (*single score*), lo cual concuerda con lo reportado por K. Hjaila *et al.*, 2013 [19].

Los indicadores de impacto ambiental mas afectados por el proceso de producción de CA son el agotamiento de combustibles fósiles, el cambio climático a la salud humana, el cambio climático a los ecosistemas, la formación de partículas, toxicidad humana y el agotamiento de metales, esto se atribuye principalmente al consumo de energía eléctrica, ya que la capacidad de generación eléctrica en México está conformada en 72.9 % por fuentes fósiles [40].

### **5.3 Análisis estadístico y optimización de la producción de carbón activado**

A partir de los resultados obtenidos para la producción de CA se realizó un análisis de varianza de cada una de las respuestas y se obtuvo un modelo representativo para las mismas; los modelos matemáticos obtenidos que representan el rendimiento, la capacidad de adsorción del carbón y el indicador de daño ambiental (*single score*) se muestran en las Ec. 5, 6 y 7,

respectivamente. Los modelos matemáticos se utilizaron para construir superficies de respuesta y contorno, para las tres respuestas se utilizó un tiempo de activación de 60 minutos, ya que el tiempo de activación no resultó significativo para ninguna de las respuestas.

$$\text{Rendimiento} = 22.78 - 17.03 * C + 7.11 * A * C + 7.18 * C^2 \quad \text{Ec.5}$$

$$\text{Capacidad de Adsorción} = 52.07 + 26.39 * A - 32.99 * C - 10.38 * A * C - 23.98 * B^2 + 25.18 * C^2 \quad \text{Ec.6}$$

$$\text{Single Score} = 1.35 - 0.81 * A + 2.22 * C - 1.02 * A * C + 1.11 * B^2 \quad \text{Ec.7}$$

Los resultados del análisis de varianza de cada una de las respuestas se muestran en las tablas 8, 9 y 10, respectivamente. Cabe destacar que estos resultados se obtienen después de descartar los términos de los modelos estadísticos que no son significativos para cada modelo.

Tabla 9. ANOVA del porcentaje de rendimiento (%R).

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Modelo	6954.51	3	2318.17	55.27	< 0.0001
C	5802.80	1	5802.80	138.36	< 0.0001
AC	808.26	1	808.26	19.27	0.0002
C <sup>2</sup>	343.44	1	343.44	8.19	0.0082
Residual	1090.45	26	41.94		
Ajuste	514.59	11	46.78	1.22	0.3535
Error	575.87	15	38.39		
Total	8044.96	29			

Tabla 10. ANOVA de la capacidad de adsorción (q).

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
Modelo	42271.67	5	8454.33	43.06	< 0.0001
A	13936.56	1	13936.56	70.98	< 0.0001
C	21769.44	1	21769.44	110.88	< 0.0001
AC	1724.12	1	1724.12	8.78	0.0068
B <sup>2</sup>	3221.86	1	3221.86	16.41	0.0005
C <sup>2</sup>	3550.98	1	3550.98	18.09	0.0003
Residual	4712.02	24	196.33		
Ajuste	4460.27	9	495.59	29.53	< 0.0001
Error	251.75	15	16.78		
Total	46983.69	29			

Tabla 11. ANOVA del indicador de daño ambiental (single score).

Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad
136.97	4	34.24	24.01	< 0.0001
13.02	1	13.02	9.13	0.0057
99.10	1	99.10	69.49	< 0.0001
16.65	1	16.65	11.67	0.0022
8.20	1	8.20	5.75	0.0243
35.65	25	1.43		
35.65	10	3.57		
0.00	15	0.00		
172.63	29			

Según los datos de ANOVA (Tabla 8) para el rendimiento el factor individual más significativo es la relación de impregnación (C), la interacción doble más significativa fue entre la temperatura y la relación de impregnación (AC) y el

término cuadrático más significativo fue la relación de impregnación ( $C^2$ ) (Ec. 5).

El ANOVA (Tabla 9) para la capacidad de adsorción muestra que los factores individuales significativos son la temperatura (A) y la relación de impregnación (C), la interacción doble más significativa es la temperatura y la relación de impregnación (AC), los termino cuadráticos que resultan relevantes para este modelo son el tiempo ( $B^2$ ) y la relación de impregnación ( $C^2$ ) (Ec.6).

Para el indicador de daño ambiental continua la tendencia, siendo los factores individuales más significativos para el modelo la temperatura (A) y relación de impregnación (C), así como la interacción doble más significativa es para la combinación de estos mismos factores (AC), por parte de los términos cuadráticos el más significativo es el tiempo ( $B^2$ ) (Ec. 7).

Según el análisis de varianza realizado, el rendimiento promedio obtenido es de 27.56 %, con una desviación estándar igual a 6.47 y un ajuste del modelo de  $R^2=0.865$ . Para el caso de la capacidad de adsorción se obtiene un promedio de 52.87 mg/g con una desviación estándar igual a 14.01 y un ajuste del modelo de  $R^2=0.899$ . El indicador de daño ambiental *single score* tiene un promedio de 2.08 con una desviación estándar de 1.1 y un ajuste del modelo  $R^2=0.80$ .

La superficie de respuesta y de contorno del porcentaje de rendimiento (Figura 9) muestra que para alcanzar un mayor rendimiento es necesario llevar a cabo

la producción del carbón activado a menor temperatura de activación y menor relación de impregnación. Esto resulta coherente debido a que al llevar a cabo el proceso a mayor temperatura y con mayor cantidad de agente activante hay una mayor degradación de la materia orgánica, lo que concuerda con lo anteriormente reportado en la literatura [8].

Se puede observar como al combinar una alta relación de impregnación con una baja temperatura se alcanzó el rendimiento más bajo, esto se explica debido a que a baja temperatura el agente activante no alcanza a desarrollar su función como deshidratante, de esta manera hay poco desarrollo del carbón activado obtenido y gran cantidad de agente activante que se elimina en los lavados finales. También se puede notar como en la región cercana a la nula impregnación a pesar del aumento de la temperatura de activación, el porcentaje de rendimiento se mantiene entre 40 y 50 % aproximadamente, lo cual confirma que el factor más influyente es la relación de agente activante agregado al material.

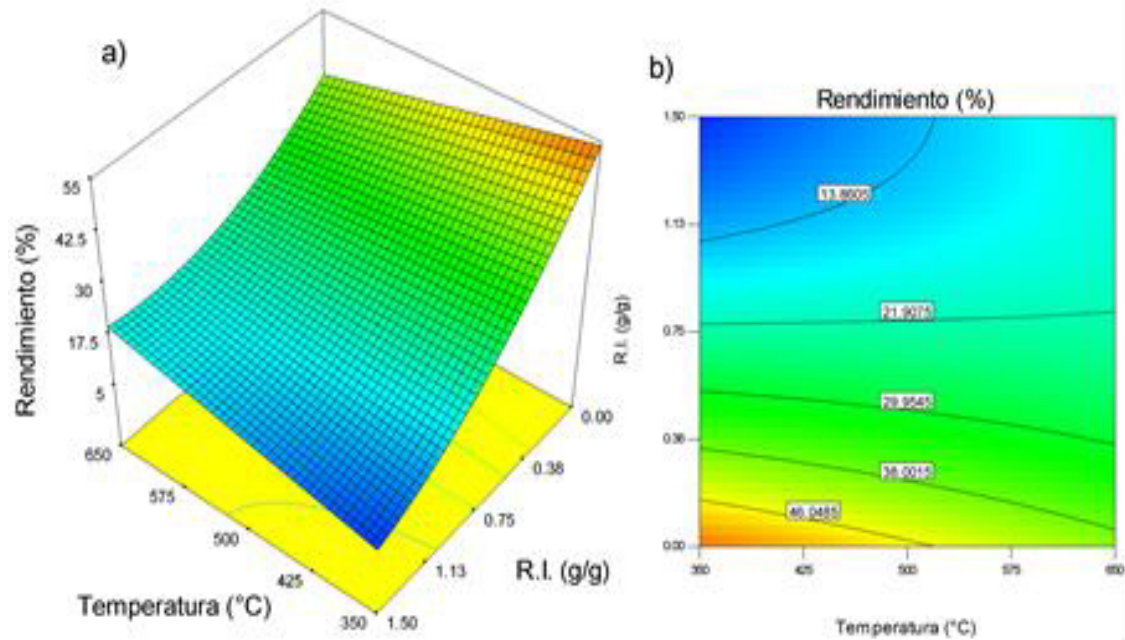


Figura 9. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para el porcentaje de rendimiento.

La superficie de respuesta y gráfica de contorno obtenidas para la capacidad de adsorción (Figura 10) indica que el máximo valor de adsorción se obtiene cuando se produce el carbón a la mayor temperatura de activación y la menor relación de impregnación, esto se puede deber a que el PM presentaba un cierto grado de degradación debido al tratamiento térmico-alcálico usado en la nixtamalización [24].

Se puede observar un comportamiento igual que en la gráfica de porcentaje de rendimiento (Figura 9), la capacidad de adsorción más baja se obtiene a bajas temperaturas (350°C) y alta relación de impregnación (1.5 mg KOH/ mg PM). Como ya habíamos discutido anteriormente, esta combinación no favoreció el rendimiento del material debido a que no se logró un adecuado desarrollo del

mismo, inclusive podríamos destacar que esta combinación de factores resultaba desfavorecer el producto final; por tal motivo, al no lograr un adecuado desarrollo de las propiedades del carbón, la capacidad de adsorción del colorante fue menor.

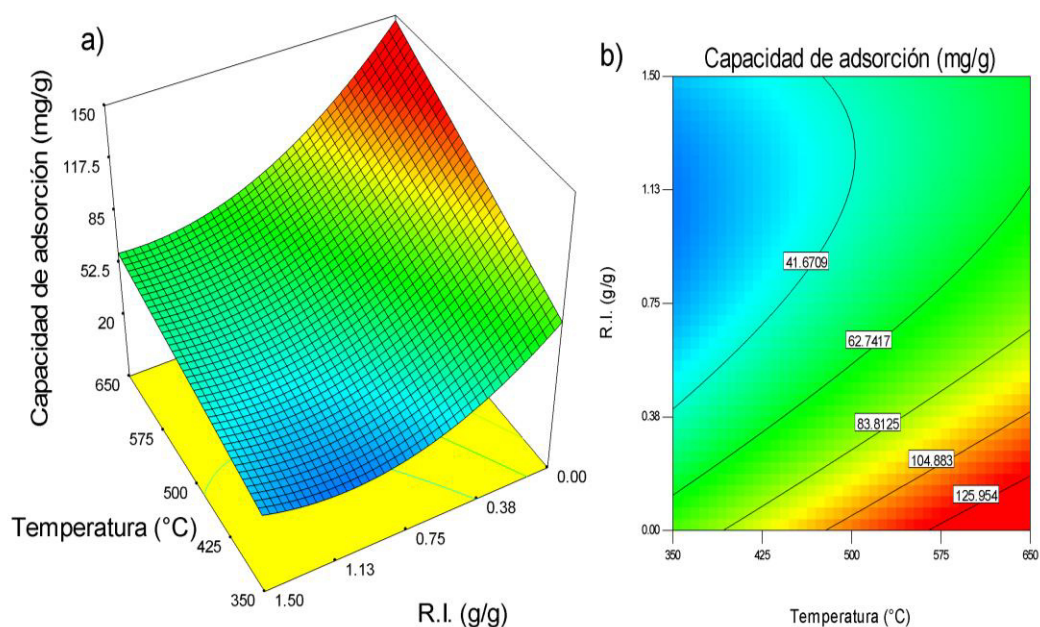


Figura 10. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para la capacidad de adsorción de naranja de metilo.

En cuanto al indicador de daño ambiental *single score* (figura 11) el menor impacto se produjo llevando a cabo la producción del carbón activado a menor temperatura y sin impregnación, esto se explica debido a que los impactos por unidad funcional se calcularon respecto al rendimiento experimental de cada corrida, por lo cual al ser mayor el rendimiento para las corridas a alta temperatura (650°C) y sin impregnar, el uso de insumos y energía es más eficiente en comparación con los experimentos que presentan bajo rendimiento. El uso de energía eléctrica y agente activante durante la producción del carbón



activado generan una importante contribución hacia los impactos de ambientales. Por lo tanto, las corridas que estaban impregnadas con KOH tuvieron una puntuación de daño ambiental mayor. Este aspecto se discutió con mayor precisión en la sección de resultados del análisis de ciclo de vida de esta investigación.

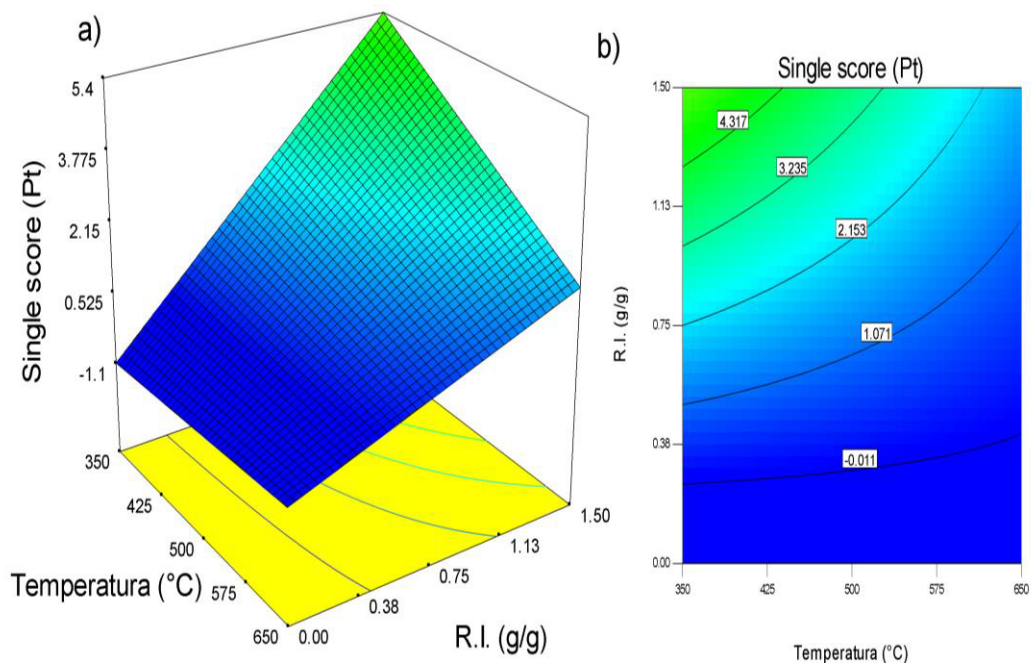


Figura 11. Superficie de respuesta y de contorno (a y b respectivamente) para el indicador de daño ambiental "single score".

Los modelos matemáticos obtenidos para las tres respuestas estudiadas (Ec. 5-7) fueron utilizados para determinar las condiciones óptimas de operación del proceso de producción de carbón activado. La Figura 12 muestra la superficie de respuesta y contorno para la función de deseabilidad, la región plana que puede observarse en la gráfica de superficie de respuesta se debe a la restricción usada para el indicador de daño ambiental, ya que se optó por

mantener dentro del rango de estudio dicha variable, al mismo tiempo que se maximizaba el rendimiento y capacidad de adsorción.

El valor máximo de la función de deseabilidad (0.80) se obtuvo a una temperatura de 627 °C, un tiempo de activación de 93 minutos y sin agregar agente activante. A estas condiciones las respuestas previstas para capacidad de adsorción, rendimiento e indicador de daño ambiental fueron 124.92 mg/g, 40.9 % y 0.06 Pt, respectivamente. Para validar las respuestas predichas por el modelo se llevó a cabo la producción del CA a las condiciones óptimas antes mencionadas, obteniendo valores de capacidad de adsorción igual a 141.13 mg/g, rendimiento de 50% y un single score de 0.09 Pt, lo cual se encuentra dentro del rango de predicción estimado para las respuestas.

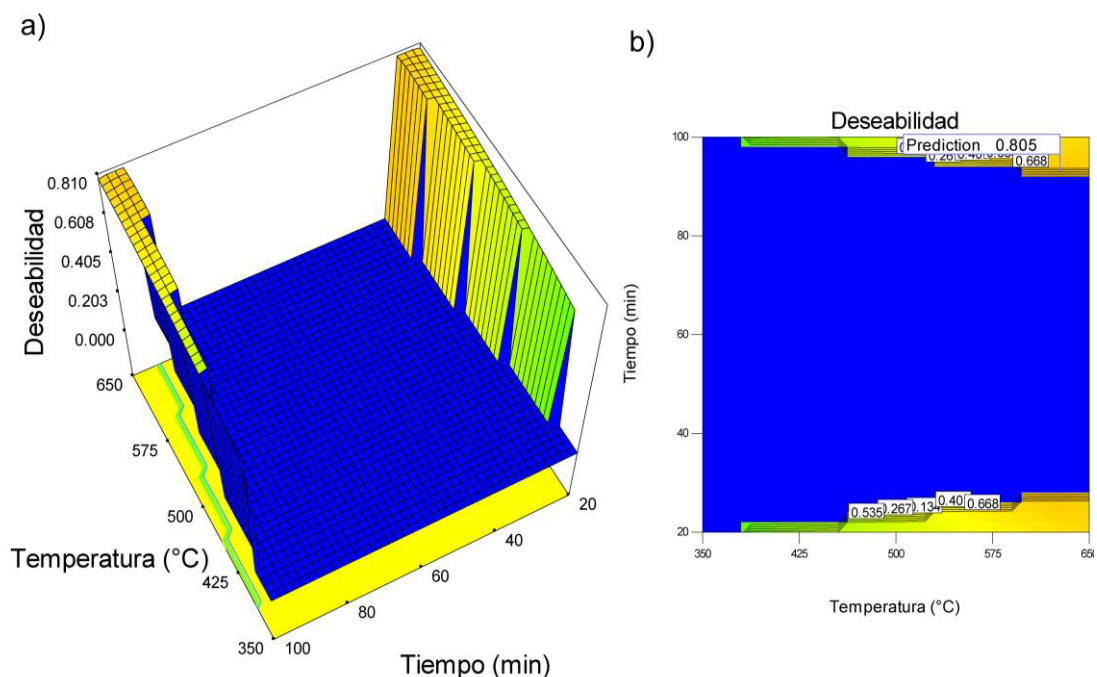


Figura 12. Superficie de respuesta y contorno de la función de deseabilidad.

## 5.4 Características fisicoquímicas del carbón activado

### 5.4.1 Fisisorción de nitrógeno

Las isothermas que se muestran en las Figuras 13, 14 y 15, corresponden al punto bajo, alto y medio respectivamente, se puede observar que las tres isothermas de adsorción-desorción de  $N_2$  obtenidas corresponden a una gráfica tipo III según lo establecido por la IUPAC, este tipo de isoterma no es común, ya que son isothermas con curvatura gradual y un punto B indistinto. En estos casos Marsh *et al.*, 1997 [21] menciona que este tipo de isothermas corresponden a un carbón en el que una vez que la microporosidad se llena a baja presión relativa ( $<0,1$ ), la adsorción se hace significativa sobre la superficie no microporosa. El bucle de histéresis en la desorción, resulta de la condensación capilar en los mesoporos. Según la IUPAC, la histéresis que presentan estas isothermas corresponden a la tipo III la cual no presenta ninguna adsorción limitante a puntos altos de presión relativa, se observan agregados de partículas similares a placas que dan lugar a poros en forma de hendidura.

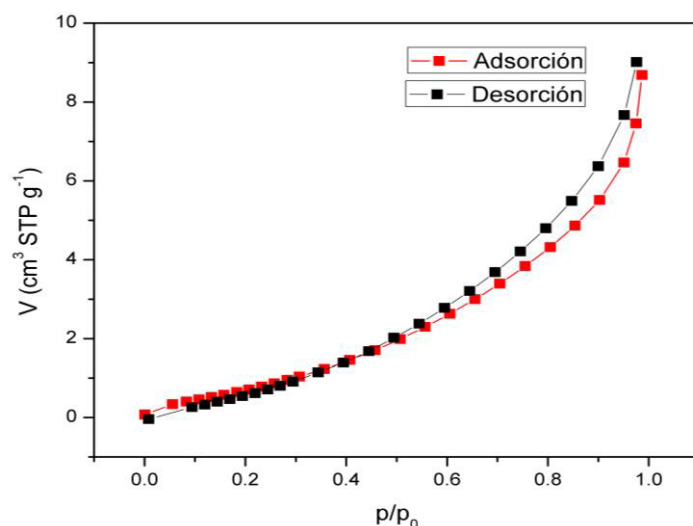


Figura 13. Isotherma de adsorción-desorción de  $N_2$  del carbón activado de pericarpio de maíz (punto bajo).

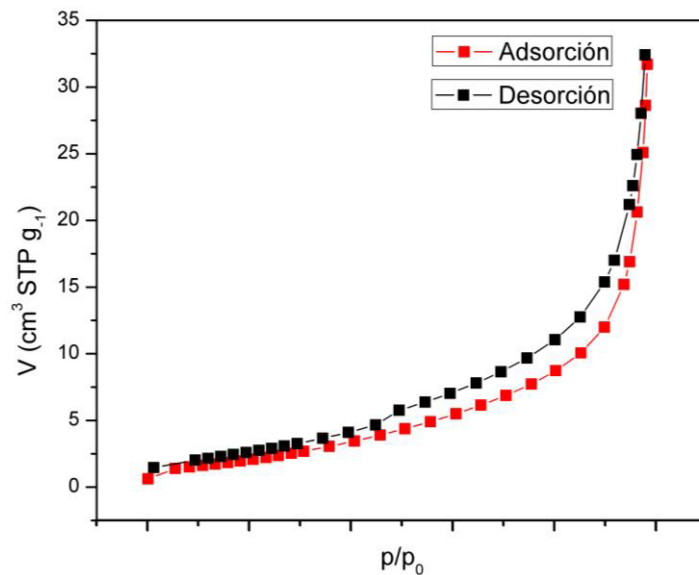


Figura 14. Isotherma de adsorción-desorción de  $N_2$  del carbón activado de pericarpio de maíz (punto medio).

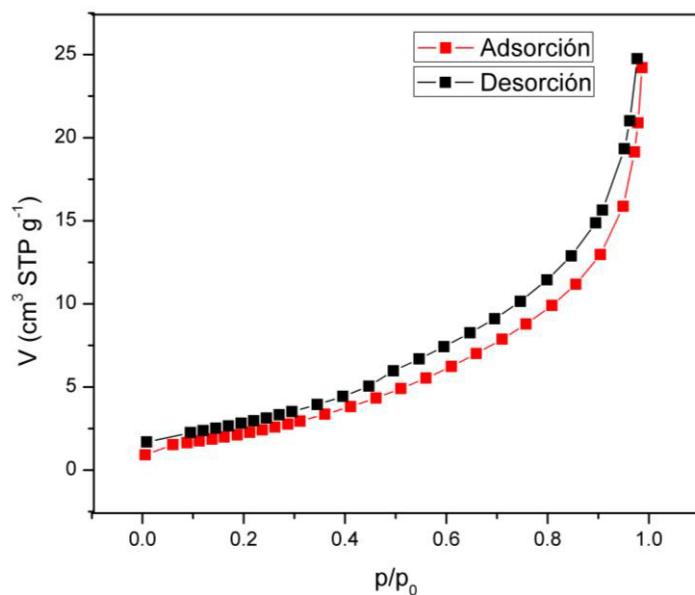


Figura 15. Isotherma de adsorción-desorción de  $N_2$  del carbón activado de pericarpio de maíz (punto alto).

La isoterma de adsorción-desorción para el carbón activado producido a condiciones óptimas se muestra en la Figura 16, en donde podemos observar una tendencia distinta en comparación con las isotermas anteriores, debido a

que se ve una apertura mayor entre la isoterma de adsorción y desorción, que se puede deber a una mayor formación de poros. La isoterma del carbón activado producido a condiciones óptimas (CAOP) se asemeja a la isoterma tipo IV de la IUPAC, la cual indica una débil interacción entre adsorbato y adsorbente, pero que se obtiene con ciertos materiales porosos. El bucle de histéresis es de tipo II, el cual se atribuye a poros con cuello muy estrecho y cuerpo ancho (denominados poro tipo cuello de botella)

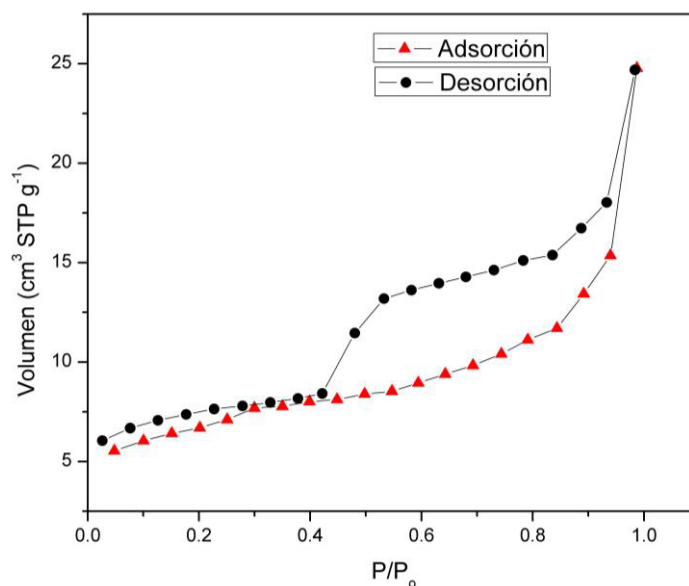


Figura 16. *Isoterma de adsorción-desorción del carbón activado producido a condiciones óptimas.*

La Tabla 12 resume las características obtenidas para los carbones analizados en donde se puede observar su área específica, distribución de tamaño de poro y volumen de poro, así como las condiciones a las cuales fueron producidos. Cabe destacar que el área específica desarrollada por los materiales está muy por debajo de lo reportado para materiales lignocelulósicos [8], esto puede

deberse al grado de degradación que sufrió el pericarpio de maíz debido al tratamiento térmico-alkalino usado durante la nixtamalización [24]

*Tabla 12. Propiedades de textura de carbones producidos a las condiciones alta, media y baja del diseño experimental y condiciones óptimas.*

Adsorbente	Condiciones de producción	Área específica (m <sup>2</sup> /g)	Diámetro promedio de poro (nm)	Volumen de poro (cm <sup>3</sup> /g)
CAPM (alto)	650°C/100min/1.5 R.I.	9.44	15.87	0.040
CAPM (medio)	500 °C/60 min/0.75 R.I.	8.56	22.89	0.050
CAPM (bajo)	350°C/20 min/0 R.I.	3.88	13.84	0.010
CAOP	609 °C/93 min/0 R.I.	23.31	6.56	0.035

R.I.= relación de impregnación (g KOH/ g PM)

CAPM= Carbón activado a partir de pericarpio de maíz

CAOP= Carbón activado producido a condiciones óptimas

#### 5.4.2 Punto de carga cero

Los carbones activados al estar en solución tienen la característica de adquirir un balance de carga positivo o negativo como resultado de las interacciones entre los iones presentes en solución y los grupos funcionales del material, de tal manera que cuando se llega a un valor en donde las cargas positivas y negativas son equivalentes, la carga superficial neta es neutra, esto se denomina como pH de punto de carga cero (pH<sub>PCC</sub>). Las gráficas en donde se muestran los resultados de la distribución de carga en la superficie del CA de pericarpio de maíz se muestra en la Figura 17.

Los valores del pH<sub>PCC</sub> encontrados son 8.58, 10.22, 10 y 11.18 para los puntos bajo, medio, alto y CAOP, respectivamente, valores poco comunes en carbones activados producidos a partir de residuos lignocelulósicos [23]. Es posible que

debido al proceso que sufre el pericarpio de maíz durante la cocción del grano en un medio alcalino, su  $\text{pH}_{\text{PCC}}$  se vea afectado resultando en valores alcalinos. Estos valores de  $\text{pH}_{\text{PCC}}$  sugieren que el carbón activado de pericarpio de maíz puede ser útil para adsorber especies catiónicas en solución acuosa.

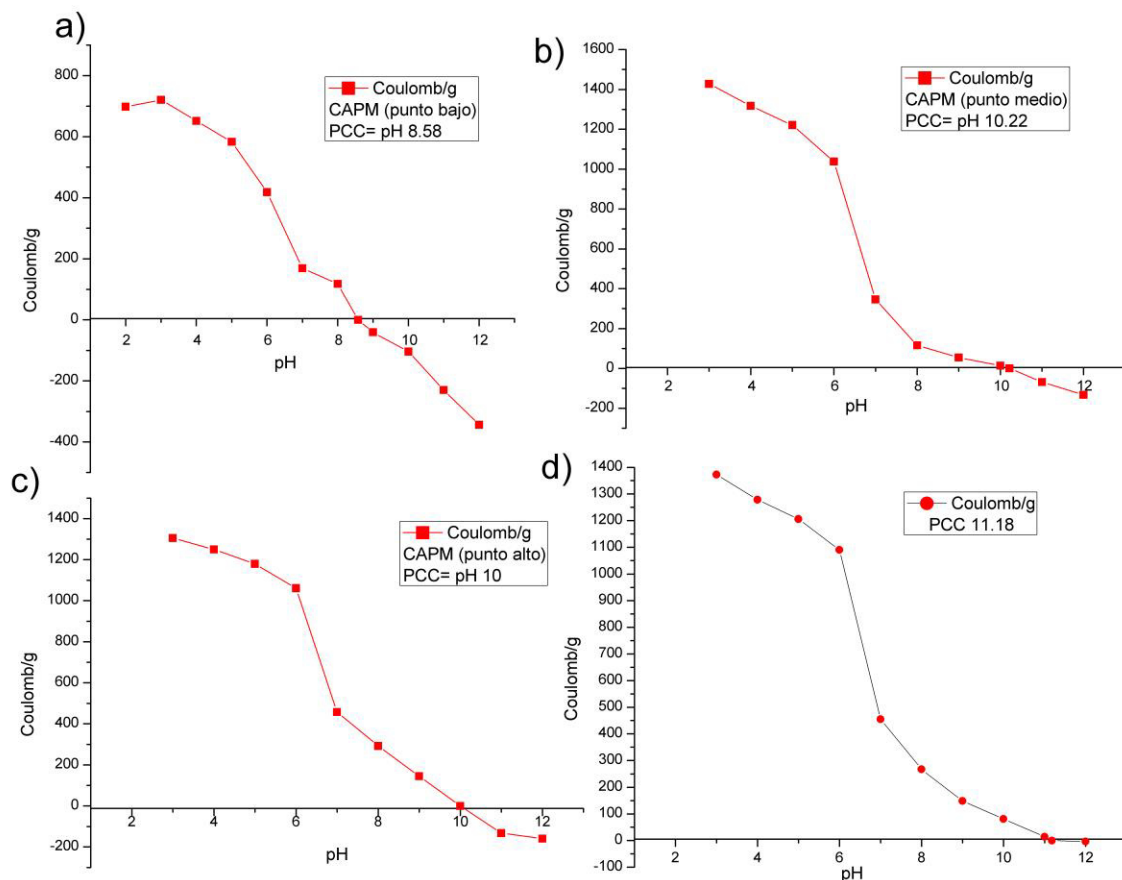


Figura 17. Gráficas de punto de carga cero del carbón activado de pericarpio de maíz a) punto bajo, b) punto medio, c) punto alto y d) carbón activado producido a condiciones óptimas.

### 5.4.3 Espectroscopia infrarroja (FTIR)

La composición química del pericarpio de maíz y carbón activado producido a condiciones óptimas se determinó cualitativamente mediante un análisis de espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada. La Figura 18 muestra la comparación entre los dos espectros obtenidos. Se

identificaron los grupos funcionales de ambos materiales, podemos observar alrededor de los  $3500\text{ cm}^{-1}$  una banda correspondiente a la vibración de un grupo O-H que corresponde a humedad presente en ambos espectros, se observa la presencia de grupos carboxílicos teniendo la presencia de una banda de vibración de O-H alrededor de  $1100\text{ cm}^{-1}$  además de la presencia de un C=O a  $1500\text{ cm}^{-1}$ . Se pueden ver la vibración de un grupo  $\text{CH}_3$  alrededor de  $2600\text{ cm}^{-1}$ , se pueden ver las vibraciones de estiramiento C-H en  $3000\text{ cm}^{-1}$  de los anillos aromáticos, así como la flexión debajo de  $1000\text{ cm}^{-1}$  de los mismos dentro y fuera del plano.

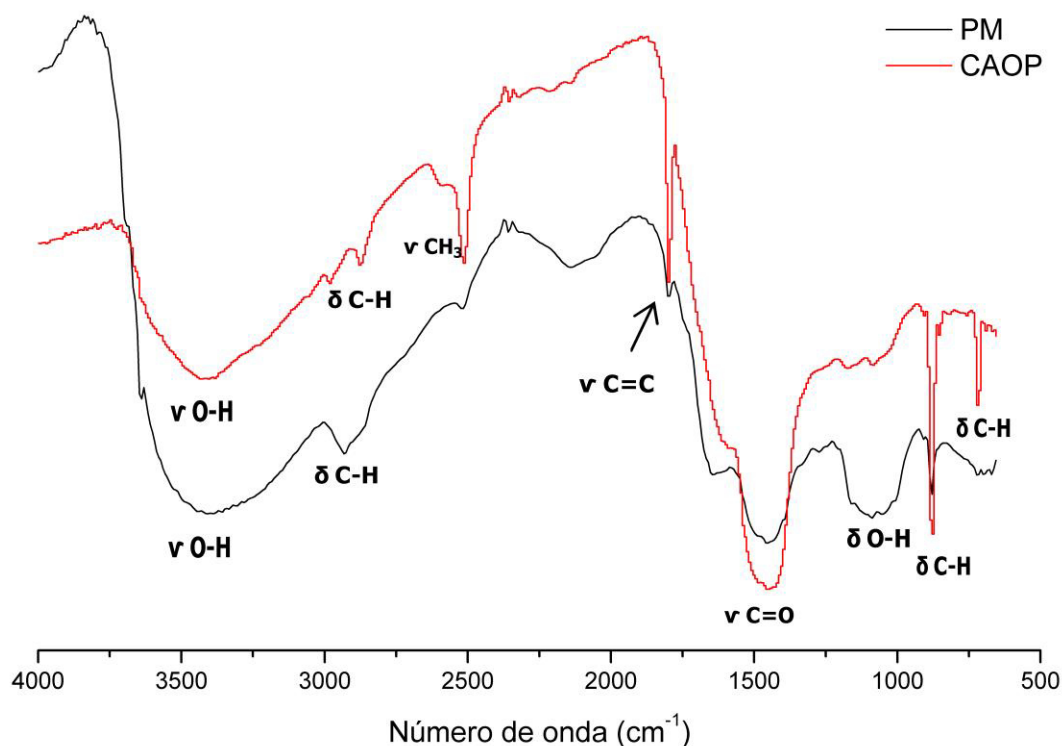


Figura 18. Espectros FTIR del pericarpio de maíz y carbón activado producido a condiciones óptimas.

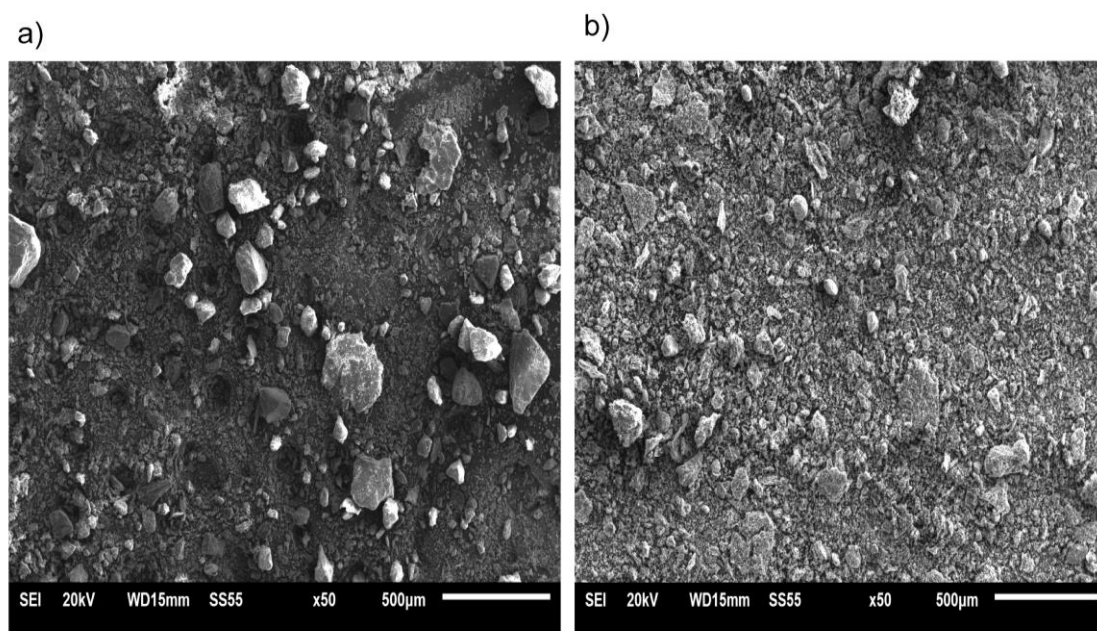
La Figura 18 nos muestra como el espectro para el CAOP en comparación con el espectro del PM tiene mejor definidas las bandas del grupo carboxílico, así



como también una disminución o desaparición de bandas correspondientes a los alcanos y aromáticos, esto puede ser por la degradación que sufrieron los carbohidratos en el proceso de pirólisis.

#### 5.4.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)

La microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS) fue usada para observar la morfología de la superficie del pericarpio de maíz y carbón activado. La Figura 19 muestra una comparación a 50 aumentos, respectivamente para ambos materiales.

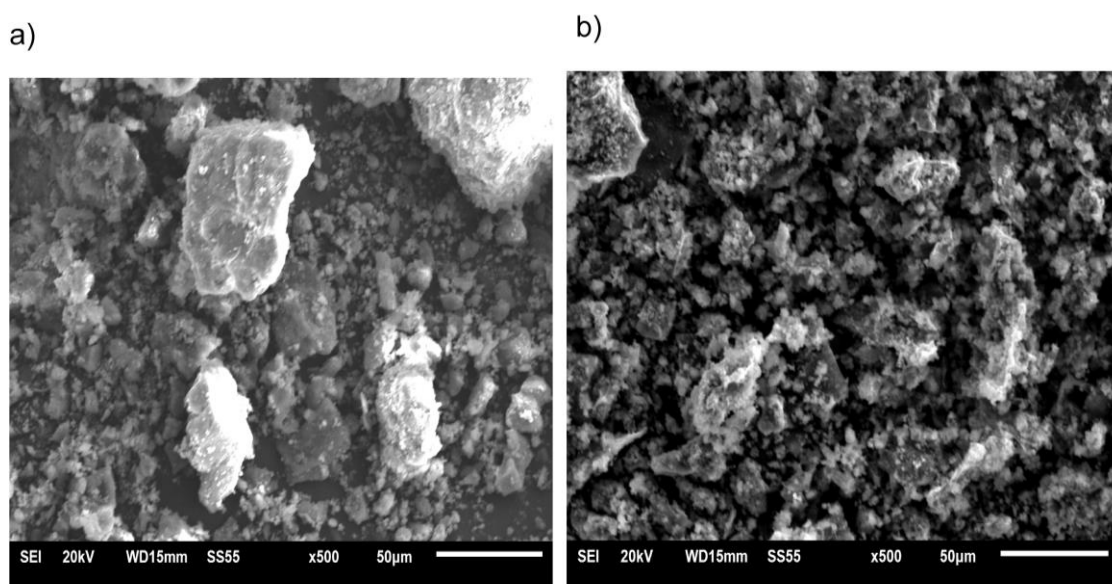


*Figura 19. Micrografías del a) pericarpio de maíz y b) carbón activado a 50 aumentos.*

Las micrografías muestran la presencia de incrustaciones de color blanco para ambos materiales, las cuales corresponden a partículas de  $\text{CaCO}_3$  que se encuentran en el material debido al tratamiento que recibe el pericarpio de maíz

en el proceso de nixtamalización y no son eliminadas por el proceso de pirólisis, por lo cual también es posible observarlas en el CA.

En la Figura 20 podemos ver una comparación entre el pericarpio de maíz y el carbón activado producido a condiciones óptimas a 500 aumentos, se puede ver una morfología rugosa para ambos materiales y se observan las partículas de  $\text{CaCO}_3$ . También se puede observar la presencia algunos poros pequeños en el carbón activado que no se denotan en el pericarpio de maíz.



*Figura 20. Micrografías del a) pericarpio de maíz y b) carbón activado a 500 aumentos.*

La figura 21 muestra un análisis por EDS que se realizó a ambos materiales. El pericarpio de maíz lado derecho presenta una mayor presencia de carbón en comparación del carbón activado producido a condiciones óptimas que se muestra a la izquierdo donde se ve una mayor presencia de calcio, esto puede deberse a que al llevar a cabo la pirólisis del material se diera la degradación de

los compuestos orgánicos y los compuestos inorgánicos como el Ca siguen adheridos al material, por lo cual aparece en mayor concentración.

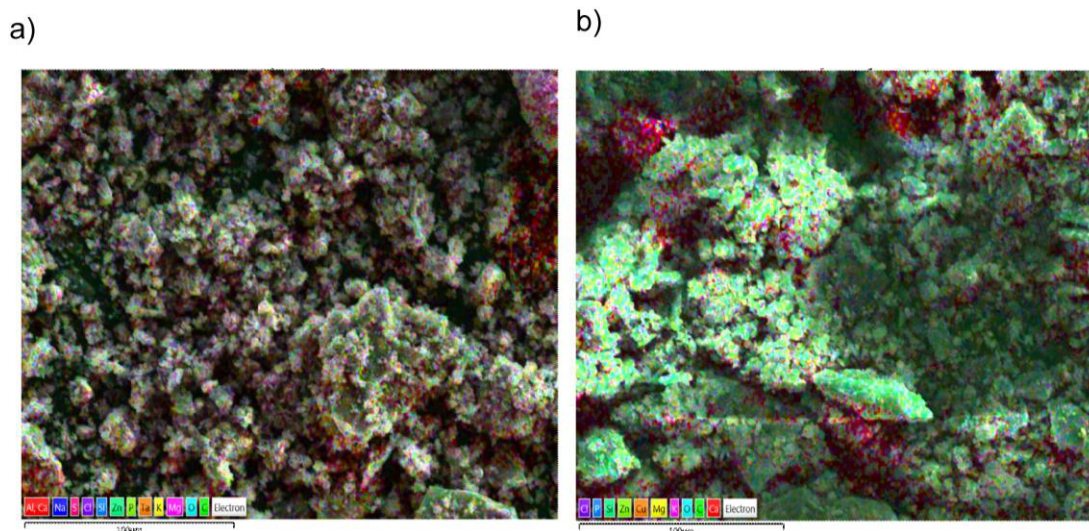


Figura 21. SEM-EDS para el carbón activado producido a condiciones óptimas (a) y pericarpio de maíz (b).

## 5.5 Capacidad de adsorción

Los datos experimentales de la cinética de adsorción de naranja de metilo, así como los predichos por los modelos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden se presentan en la Figura 22. Se observa como el equilibrio de adsorción se alcanza a las 7 horas, donde el valor de capacidad de adsorción experimental es de 141.12 mg/g.

El modelo que mejor se ajusta a los datos experimentales es el modelo de pseudo primer orden. El valor de capacidad de adsorción en el equilibrio predicho por este modelo es de 129.97 mg/g, y su constante de velocidad es de  $0.36 \text{ min}^{-1}$ . Estos valores son comparables con otros reportados en la literatura para cáscara de plátano ( $0.39 \text{ min}^{-1}$ ) y naranja ( $0.40 \text{ min}^{-1}$ ) [41], sin embargo resulta ser diferente en comparación a valores reportados para carbón activado donde se reportan valores de  $0.02$  a  $0.07 \text{ min}^{-1}$  [42]

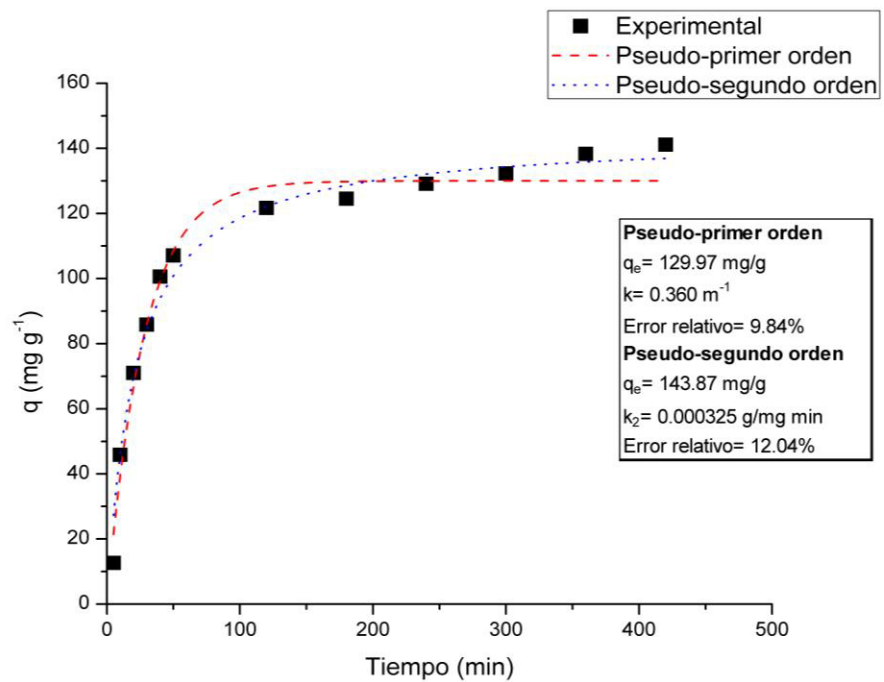


Figura 22. Cinética de adsorción de naranja de metilo con carbón activado óptimo.

## Capítulo 5

### 5. Conclusiones

La producción de carbón activado e insumos, que incluye el análisis de inventario de ciclo de vida del CA, refleja que los módulos del proceso con mayor contribución sobre los impactos ambientales son la impregnación y la pirólisis del material. Los insumos que mayores impactos ambientales genera son el agente activante (KOH), seguido por la energía eléctrica usada a lo largo de todo el proceso.

Las categorías de impacto que se ven más afectadas por el proceso en general y para las diferentes condiciones de producción analizadas, son el agotamiento de combustibles fósiles, el cambio climático a la salud humana, el cambio climático a los ecosistemas y la formación de partículas.

Se llevó a cabo la optimización del proceso de producción de carbón activado a partir de pericarpio de maíz, obteniendo como condiciones óptimas de producción, una temperatura de activación de 627 °C, a un tiempo de activación de 93 minutos y sin agregar agente activante, con una deseabilidad de 0.80, al replicar estas condiciones se obtuvo una capacidad de adsorción de naranja de metilo de 141.13 mg/g, un rendimiento de 50 % y el menor *single score* 0.09 Pt, valores dentro del rango predicho.

En resumen, la optimización simultánea de respuestas tanto técnicas como de impacto ambiental, permiten obtener condiciones de producción de carbón activado a partir de pericarpio de maíz que favorezcan la reducción de los impactos generados por el proceso de producción sin comprometer la calidad del producto obtenido (rendimiento y capacidad de adsorción).

## Referencias

- [1] Bastidas, M. , Buelvas, L. M. , Márquez, M. I. , and Rodríguez, K. Producción de Carbón Activado a partir de Precursores Carbonosos del Departamento del Cesar, Colombia. *Información Tecnológica* **2010**, 21, 87–96.
- [2] Tsai, W. T. , Chang, C. Y. , Wang, S. Y. , Chang, C. F. , Chien, S. F. , and Sun, H. F. Utilization of agricultural waste corn cob for the preparation of carbon adsorbent. *Environ. SCI. Health* **2001**, 36, 677–686.
- [3] Primera-pedrozo, O. , Colpas-castillo, F. , and Meza-fuentes, E. Carbones activados a partir de bagazo de caña de azúcar y zuro de maíz para la adsorción de cadmio y plomo. *Rev. Acad. Colomb. Cienc.* **2011**, 35, 387–396.
- [4] Álvarez, S. , García, R. , Escalona, N. , Sepúlveda, C. , Sotelo, J. L. , and García, J. Chemical-activated carbons from peach stones for the adsorption of emerging contaminants in aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal* **2015**, 279, 788–798.
- [5] Xu, H. , Gao, B. , Cao, H. , Chen, X. , Yu, L. , Wu, K. , Sun, L. , Peng, X. , and Fu, J. Nanoporous Activated Carbon Derived from Rice Husk for High Performance Supercapacitor. *Journal of Nanomaterials* **2014**, 1–8.
- [6] Ensuncho, A. E. , Milanés, N. , and Robles, J. R. Remoción del Colorante Rojo Allura en Solución Acuosa utilizando Carbones Activados obtenidos de Desechos Agrícolas. *Información Tecnológica* **2015**, 26, 69–78.
- [7] Rosas-castor, J. M. , Garza-gonzález, M. T. , García-reyes, R. B. , Soto-, E. , Cerino-córdova, F. J. , García-gonzález, A. , and Lored-medrano, J. A. Methylene blue biosorption by pericarp of corn , alfalfa , and agave bagasse wastes. *Environmental Technology* **2013**, 37–41.
- [8] Lored-Cancino, M. , Soto-Regalado, E. , Cerino-Córdova, F. J. , García-reyes, R. B. , García-León, A. M. , and Garza-González, M. T. Determining optimal conditions to produce activated carbon from barley husks using single or dual optimization. *Journal of Environmental Management* **2013**, 125, 117–125.
- [9] Zaman-Chowdhury, Z. , Mohd. Zain, S. , Atta-Khan, R. , Arami-Niya, A. , and Khalisanni, K. Process variables optimization for preparation and characterization of novel adsorbent from lignocellulosic waste. *BioResources*

**2012**, 7, 3732–3754.

[10] Cierre de la producción agrícola por cultivo. <http://www.siap.gob.mx/cierre-de-la-produccion-agricola-por-cultivo/> (accessed Mar. 30, 2016).

[11] Pineda–Gómez, P. , Coral, D. F. , Ramos-Rivera, D. , and Rosales Rivera, A. Estudio de las propiedades térmicas de harinas de maíz producidas por tratamiento termico-alcalino. *Ingeniería y Ciencia - ing.cienc.* **2011**, 7, 119–142.

[12] CANAMI. <http://www.cnmaiz.org.mx/> (accessed Oct. 8, 2015).

[13] Producción bruta total en las Industrias manufactureras por entidad federativa.

[http://www.inegi.org.mx/est/contenidos/proyectos/ce/ce2014/doc/minimonografias/mmanu\\_ce2014.pdf](http://www.inegi.org.mx/est/contenidos/proyectos/ce/ce2014/doc/minimonografias/mmanu_ce2014.pdf) (accessed Mar. 30, 2016).

[14] Gaytán-Martínez, M. , Figueroa, J. D. C. , Vázquez-Landaverde, P. a. , Morales-Sánchez, E. , Martínez-Flores, H. E. , and Reyes-Vega, M. L. Caracterización fisicoquímica, funcional y química de harinas nixtamalizadas de maíz obtenidas por calentamiento óhmico y proceso tradicional. *CyTA - Journal of Food* **2012**, 10, 182–195.

[15] Domínguez Espinosa, R. and Pacho Carrillo, D. Efluentes de la industrialización del maíz: ¿contaminante o recurso valioso? *Revista de la Universidad Autónoma de Yucatán* **2003**, 54–63.

[16] Montgomery, D. C. Diseño y análisis de experimentos. Limusa Wiley: 2011.

[17] Ahmad, M. A. and Alrozi, R. Optimization of rambutan peel based activated carbon preparation conditions for Remazol Brilliant Blue R removal. *Chemical Engineering Journal* **2011**, 168, 280–285.

[18] Xin-Hui, D. , Srinivasakannan, C. , Jin-Hui, P. , Li-Bo, Z. , and Zheng-Yong, Z. Preparation of activated carbon from Jatropha hull with microwave heating: Optimization using response surface methodology. *Fuel Processing Technology* **2011**, 92, 394–400.

[19] Hjaila, K. , Baccar, R. , Sarrà, M. , Gasol, C. M. , and Blánquez, P. Environmental impact associated with activated carbon preparation from olive-waste cake via life cycle assessment. *Journal of Environmental Management* **2013**, 130, 242–247.



- [20] ISO 14040. <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:14040:ed-2:v1:en> (accessed Oct. 19, 2015).
- [21] Marsh, H.; Heintz, E. A.; and Rodríguez-Reynoso, F. Introduction to carbon technologies. 1997.
- [22] Dias, J. M. , Alvim-Ferraz, M. C. M. , Almeida, M. F. , Rivera-Utrilla, J. , and Sánchez-Polo, M. Waste materials for activated carbon preparation and its use in aqueous-phase treatment: A review. *Journal of Environmental Management* **2007**, 85, 833–846.
- [23] Ioannidou, O. and Zabaniotou, A. Agricultural residues as precursors for activated carbon production-A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2007**, 11, 1966–2005.
- [24] Muñoz-Hernández, R. A., Calderón, A. , Cruz-Orea, A. , Sánchez-Sinencio, F. , Tomas, S. A. , and González de la Cruz, G. Estudio de la Influencia del  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  en las Películas de Pericarpio de Maíz Nixtamalizado mediante Técnicas Fototérmicas. *Sociedad Mexicana de Ciencias de Superficies y de Vacío* **1999**, 84, 80–84.
- [25] Arvanitoyannis, I. S. and Tserkezou, P. Corn and rice waste: A comparative and critical presentation of methods and current and potential uses of treated waste. *International Journal of Food Science and Technology* **2008**, 43, 958–988.
- [26] Spiegel, J. and Spiegel, J. Control de la contaminacion ambiental.
- [27] Güereca Hernández, L. P. Desarrollo de Una Metodología Para La Valoración En El Análisis Del Ciclo de Vida Aplicada a La Gestión Integral de Residuos Municipales, 2007.
- [28] ISO 14041 NC-ISO 14041. **1998**, 1–29.
- [29] ISO 14042-01.pdf.
- [30] United Nations Environment Programme Global guidance principles for life cycle assessment databases. (2011).
- [31] IHOBE/Sociedad Pública de Gestión Ambiental Análisis de ciclo de vida y huella de carbono. (2009).
- [32] Iso, U. , Del, E. , and Iso, D. U. UNE-EN ISO 14044. **2006**, 0–2.

- [33] A. Zamagni, P. Buttol, P.L. Porta, R. Buonomici, P. Masoni, J. Guinée, R. Heijungs, T. Ekvall, R. Bersani, A. Bieńkowska, U.P. Critical review of the current research needs and limitations related to ISO-LCA practice. *Italian National Agency for New Technologies*. , 42–90. (2008).
- [34] García Fuentes, C. J. Metodología Para La Evaluación Del Impacto En La Calidad Del Aire Al Proceso de Fundición de Hierro Gris En La UEB Fundición 9 de Abril de Sagua La Grande, 2016.
- [35] Goedkoop, M., Heijungs, R., Huijbregts, M., Schryver, A. De, Struijs, J., and Zelm, R. Van ReCiPe 2008. 1–132. (2009).
- [36] ISO NTC-ISO 4040. *Icontec* **2007**, 1–24.
- [37] Subbaiah, M. V. and Kim, D. S. Adsorption of methyl orange from aqueous solution by aminated pumpkin seed powder: Kinetics, isotherms, and thermodynamic studies. *Ecotoxicology and Environmental Safety* **2016**, 128, 109–117.
- [38] NOH, J. S. and SCHWARZ, J. A. Estimation of the point of zero charge of simple and mixed oxides by mass titration. *Powder Technology* **1999**, 103, 30–36.
- [39] Betancour, S. , Gañán, P. , Jiménez, L. , and Cruz, J. Degradación térmica de fibras naturales procedentes de la calceta de plátano (estudio cinético). *Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* **2009**, 1, 215–219.
- [40] Estrada-Estrada, J., Hernández-Santollo, J., Ontiveros-Montesinos, J.A., Rodríguez-Bolaños, F., Jaime-Buenrostro, E.Y., Ubaldo-Higuera, A. de los Á., and Chavarría-Hernández, I.R. Prospectiva del Sector Eléctrico 2013-2027. (2013).
- [41] Annadurai, G. , Juang, R. , and Lee, D. Use of cellulose-based wastes for adsorption of dyes from aqueous solutions. **2002**, 92, 263–274.
- [42] Chen, S. , Zhang, J. , Zhang, C. , Yue, Q. , Li, Y. , and Li, C. Equilibrium and kinetic studies of methyl orange and methyl violet adsorption on activated carbon derived from *Phragmites australis*. *DES* **2010**, 252, 149–156.

## Anexo 1

### Balances de energía

--Etapa de impregnación

Para calcular el consumo de energía que requería la etapa de impregnación de pericarpio de maíz (PM) con KOH, se tomó en cuenta el escenario experimental base a escala laboratorio, se puso en contacto el PM con la solución de agente activante (KOH) en un vaso de precipitado, el cual se calentó en una plancha magnética; tomando en cuenta las condiciones experimentales mencionadas el balance de energía se realizó considerando el calor disipado por las paredes del vaso hacia el ambiente, el calor sensible que se requiere para calentar la solución desde la temperatura ambiente hasta su temperatura de ebullición y el calor latente de vaporización que se requiere para evaporar el agua del vaso hasta dejar solamente el pericarpio impregnado. Para lo cual se usó la siguiente expresión:

$$\Delta H_{impregnación} = \Delta H_{evaporación} * \Delta H_{Tcalorsensible} * Q_{calor\ disipado} \quad Ec.8$$

Para determinar el calor disipado se usó la siguiente expresión:

$$Q = hA_s(T_s - T_{\infty}) \quad Ec.9$$

Donde: Q es el calor disipado,  $hA_s$  es el área de transferencia de calor,  $T_s$  temperatura de la superficie (vaso) tomada con un pirómetro,  $T_{\infty}$  es igual a la temperatura ambiente.

Para determinar el calor sensible se usó la siguiente expresión:

$$\Delta H_T = m_{PM} \int_{T_{ambiente}}^{T_{ebullición}} C_{p_{PM}} dT + m_{KOH} \int_{T_{ambiente}}^{T_{ebullición}} C_{p_{KOH}} dT + m_{H_2O} \int_{T_{ambiente}}^{T_{ebullición}} C_{p_{H_2O}} dT \quad Ec.10$$

Tomando en cuenta que:

$$Cp_{pericarpio} = 0.102 \text{ kJ/kg} \cdot \text{K},$$

$$Cp_{KOH} = 2.3179 \text{ kJ/kg} \cdot \text{K},$$

$$\frac{Cp}{R} H_2O = 8.712 + 1.25T - 0.18T^2$$

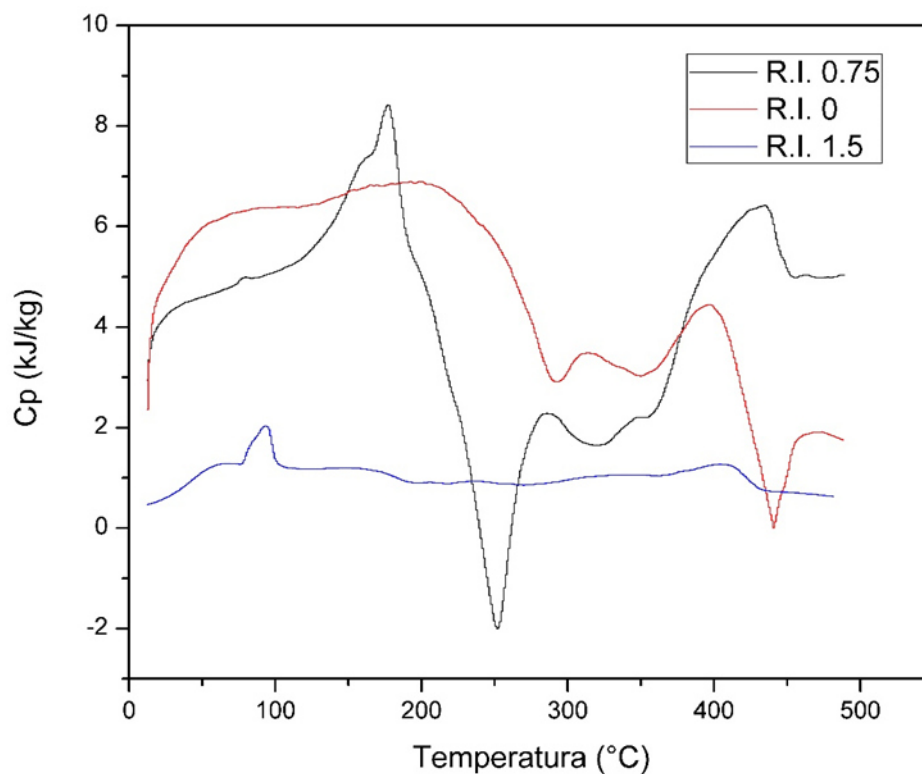
Para determinar el calor latente de vaporización se usó la siguiente expresión:

$$\Delta H_{\text{evaporación}} = m(\Delta H_v) \quad \text{Ec.11}$$

Donde: m, corresponde a la masa de pericarpio y  $\Delta H_v$ , es el calor latente de agua.

--Etapa de pirólisis

Para estimar la energía requerida por el proceso de pirólisis del PM, se llevaron a cabo análisis en un calorímetro diferencial de barrido (DSC), donde una masa determinada de pericarpio de maíz (sin activar, activado a la relación 0.75 y 1.5) se calentaba desde la temperatura ambiente hasta alcanzar 500 °C, a una velocidad de calentamiento de 6°C/min, semejante a las condiciones de trabajo usadas en la producción del carbón activado. Los resultados de los análisis por DSC se muestran en la Figura 23.



*Figura 23. Análisis por calorimetría diferencial de barrido DSC del pericarpio de maíz a las tres diferentes relaciones de impregnación (R.I.) con KOH.*

El equipo permitió monitorear el cambio del calor específico con relación al aumento de temperatura, de esta forma se obtuvo el área bajo la curva de los parámetros antes mencionados y se determinó el calor requerido por el pericarpio de maíz para transformarse en carbón activado dentro del rango de temperatura estudiado. Debido a que para una de las condiciones de trabajo se requería que la temperatura de estudio fuera de 650°C y el equipo no puede alcanzar dicha temperatura, se estableció el calor requerido hasta 500 °C y se agregó el calor sensible necesario para los 150 °C restantes. Los resultados del calor total requerido para transformar el pericarpio de maíz en carbón activado por el proceso de pirólisis se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13. Calor requerido por el pericarpio de maíz en cada rango de temperatura y por cada relación de impregnación.

Rango Temperaturas de activación (°C)	PM sin impregnar	PM impregnado a 0.75	PM impregnado a 1.5
	Calor total requerido por el proceso (kJ/kg)		
25-350	1812.71	1235.42	346.08
25-500	2178.41	1913.01	479.60
25-650	2179.80	1917.28	480.77

#### --Etapa de secado

Para llevar a cabo la estimación de la energía requerida en la etapa de secado del carbón activado, se usó como marco de referencia un balance establecido para el secado de sólidos, la expresión utilizada se muestra a continuación:

$$\frac{q_T}{m_s} = C_{pS}(T_{sb} - T_{sa}) + X_a C_{pL}(T_v - T_{sa}) + (X_a - X_b)\lambda + X_b C_{pL}(T_{sb} - T_v) + (X_a - X_b)C_{pV}(T_{vb} - T_v) \quad \text{Ec. 12}$$

Donde:

$T_{sa}$ = Temperatura alimentación

$T_v$ = Temperatura vaporización (punto ebullición del H<sub>2</sub>O pura)

$T_{sb}$ = Temperatura final de los sólidos

$T_{vb}$ = Temperatura final de vapor

$\lambda$ = Calor latente de vaporización del H<sub>2</sub>O a 100 °C

$C_{pS}$ ,  $C_{pL}$ ,  $C_{pV}$  = Calores específicos del sólido (carbón activado), líquido (H<sub>2</sub>O) y vapor (H<sub>2</sub>O)

$X_a$ = peso de la muestra húmeda

$X_b$ = peso de la muestra seca

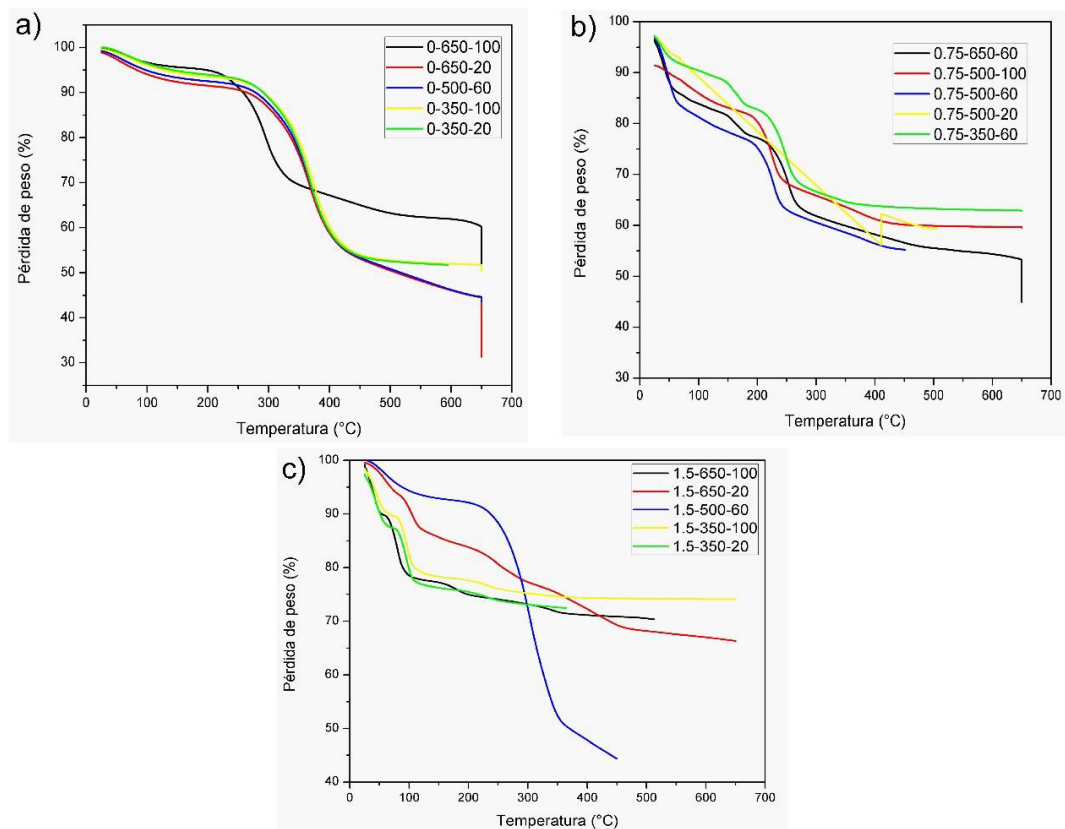
Cabe destacar que para determinar la cantidad de humedad que perdía el carbón activado al llevarse a cabo el proceso de secado, se calculó de manera experimental a través de una prueba de determinación de humedad siguiendo lo establecido por la NMX-AA-034-SCFI-2015.

## **Anexo 2**

### **Determinación de los compuestos orgánicos volátiles (COV) totales emitidos en el proceso de pirolisis**

Para estimar los COV emitidos durante la pirólisis del material se llevaron a cabo análisis termogravimétricos siguiendo las condiciones experimentales reportadas en la Tabla 5 de este documento.

Se muestran enseguida (Figura 24) los termogramas obtenidos para cada condición estudiada divididos por la relación de impregnación correspondiente.



*Figura 24. Termogramas utilizados para estimar la cantidad de COV emitidos durante el proceso de pirólisis.*

Con los termogramas obtenidos se relacionó la pérdida de peso que correspondía a los COV.